

TCVN 6862: 2001

ISO 11277 : 1998

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH SỰ PHÂN BỐ
CẤP HẠT TRONG ĐẤT KHOÁNG –
PHƯƠNG PHÁP HƯỞNG PHÁP RÂY VÀ SA LẮNG**

*Soil quality – Determination of particle size distribution in mineral soil material –
Method by sieving and sedimentation*

HÀ NỘI - 2001

Lời nói đầu

TCVN 6862 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 11276 : 1997.

TCVN 6862 : 2001 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC190 Chất lượng đất biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Chất lượng đất – Xác định sự phân bố cấp hạt trong đất khoáng – Phương pháp rây và sa lắng

Soil quality – Determination of particle size distribution in mineral soil material – Method by sieving and sedimentation

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp cơ bản để xác định sự phân bố cấp hạt được áp dụng cho nhiều loại đất khoáng, kể cả phần khoáng của đất hữu cơ. Tiêu chuẩn này đã được triển khai rộng rãi để sử dụng trong lĩnh vực về khoa học môi trường, việc sử dụng nó trong điều tra kỹ thuật địa chất đôi khi cần được tư vấn về chuyên môn.

Mục đích của tiêu chuẩn này là xác định đủ thành phần kích thước các cấp hạt để có thể lập một đường cong phân bố kích thước cấp hạt tin cậy.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho việc xác định sự phân bố các cấp hạt của các thành phần hữu cơ của đất, như các di tích của động thực vật không bền vững, đã phân huỷ từng phần. Cũng cần lưu ý rằng, các giai đoạn xử lý hoá học sơ bộ và các xử lý cơ học trong tiêu chuẩn này có thể phá huỷ sự liên kết yếu, được coi là các hạt sơ cấp ngay cả khi các hạt sơ cấp này được xem như là các đoàn lap. Nếu sự phá huỷ liên kết này không mong muốn thì tiêu chuẩn này không nên được sử dụng để xác định sự phân bố các cấp hạt cho các đất có liên kết yếu như vậy.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

ISO 565:1990 *Test sieves– Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet – Nominal sizes of openings* (Các loại rây thử nghiệm - Đĩa đan bằng sợi dây kim loại, đĩa kim loại đục lỗ và tấm đúc điện - Các kích thước danh nghĩa của lỗ rây).

ISO 3310-1: 1990 *Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth* (Rây thử nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và thử - Phần 1: Rây thử nghiệm bằng sợi dây kim loại).

TCVN 6862:2001

ISO 3310-2 :1990 *Test sieves – Technical requirements and testing – Part 2: Test sieves of perforated metal plate* (Rây thử nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và thử - Phần 2: Rây thử nghiệm bằng tấm kim loại đục lỗ).

TCVN 4851 – 89 (ISO 3696:1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464:1994) Chất lượng đất - Xử lý sơ bộ để phân tích lý hoá.

3 Thuật ngữ học và ký hiệu

3.1 Thuật ngữ học

Hạt là những loại có kích thước cụ thể như đá cuội, sỏi, cát thô, đất thịt... Ý nghĩa của các từ này khác nhau ở mỗi nước, và trong một số trường hợp không thể dịch hoàn toàn chính xác các từ này từ tiếng nước này sang tiếng nước khác, ví dụ như tiếng Hà lan có từ "Zavel" sẽ không có từ tương đương trong tiếng Anh. Nhưng ý nghĩa của từ này được hiểu là hạt sét, được định nghĩa như vật liệu < 0,002 mm đường kính hình cầu tương đương [1,6]. Những tên gọi thông thường như vậy sẽ không được sử dụng trong biểu thị kết quả xác định phân bố các cấp hạt theo tiêu chuẩn này. Các cụm từ như "... lọt qua rây 20 mm" hoặc "... nhỏ hơn 0,063 mm đường kính hình cầu tương đương" sẽ được sử dụng. Nếu các tên thông thường phải được sử dụng, ví dụ tham khảo để đối chiếu với các tiêu chuẩn khác như tiêu chuẩn Quốc gia, tiêu chuẩn Quốc tế, thì phải được định nghĩa rõ ràng, sao cho loại trừ được sự hoài nghi đối với ý nghĩa đã định, ví dụ như đất thịt (0,036 mm - 0,002 mm tương ứng cấp hạt có đường kính hình cầu tương đương) (điều 4 và ví dụ [3]). Hơn nữa, từ "thành phần cơ giới" thường được dùng rất phổ biến để mô tả kết quả các phép đo sự phân bố cấp hạt, như "kích thước hạt của đất này là thành phần cơ giới của sét". Điều này là không đúng vì hai khái niệm là khác nhau và từ "thành phần cơ giới" sẽ không được sử dụng trong báo cáo thử nghiệm (điều 10) để mô tả kết quả đạt được khi sử dụng tiêu chuẩn này.

Thông thường liên quan đến rây có thể sử dụng hai đơn vị là kích thước lỗ rây hoặc số lượng lỗ rây. Không có sự giống nhau giữa hai đơn vị này và mối liên quan giữa chúng là không phân biệt được rõ ràng. Việc sử dụng số lượng lỗ rây để đo kích thước hạt rất khó để biện luận, vì vậy trong tiêu chuẩn này không sử dụng khi báo cáo kết quả.

3.2 Ký hiệu

Các ký hiệu sau đây được sử dụng phù hợp trong tiêu chuẩn này, tùy từng chỗ, các đơn vị và đại lượng được sử dụng như sau (chuyển đổi hệ SI theo các đơn vị chung, ví dụ: g = gam; m = mét, mm = milimet; s = giây...).

Mg megagam (10^6 g);

mPa millipascal;

t là thời gian sa lắng của một hạt có đường kính d_p , tính bằng giây;

η là độ nhớt động học của nước ở nhiệt độ thí nghiệm (xem bảng B.2), tính bằng millipascal trên giây;

h là độ sâu lấy mẫu, tính bằng centimét;

ρ_s là khối lượng riêng trung bình của hạt (được lấy bằng 2,65; chú thích ở điều 4), tính bằng megagam trên mét khối;

ρ_w là khối lượng riêng của chất lỏng chứa các hạt đất lơ lửng (được lấy bằng 1,00; chú thích ở điều 4), tính bằng megagam trên mét khối;

g là gia tốc trọng trường, (được lấy bằng 981), tính bằng centimét trên giây bình phương;

d_p là đường kính hình cầu tương đương của hạt cần xác định, tính bằng milimét.

4 Nguyên tắc

Sự phân bố cấp hạt được xác định bằng sự kết hợp phương pháp rây và sa lắng, bắt đầu từ đất đã được phơi khô trong không khí [6] (xem chú thích sau). Phương pháp dùng cho đất không sấy khô được đưa ra trong phụ lục A. Các hạt không lọt qua lỗ rây 2 mm được xác định bằng cách rây khô. Các hạt lọt qua lỗ rây này nhưng ở lại trên lỗ rây 0,063 mm được xác định bằng phương pháp phối hợp rây khô và rây ướt, còn những hạt lọt qua rây sau cùng sẽ được xác định bằng phương pháp sa lắng. Phương pháp pipet là phù hợp nhất. Phương pháp tỷ trọng kế được trình bày ở phụ lục B. Sự kết hợp giữa phương pháp rây và sa lắng sẽ cho phép xây dựng một đường cong phân bố liên tục các cấp hạt.

Những điểm chính trong cách tiến hành được tóm tắt ở biểu đồ ở hình 2. Tiêu chuẩn này quy định cách xác định tỷ lệ của các cấp hạt riêng rẽ bằng phương pháp sa lắng và rây, sau đó cân khối lượng thu được. Các phương pháp khác xác định khối lượng của các cấp hạt cũng có thể dựa vào sự tương tác của các hạt với bức xạ điện từ hoặc trường điện từ [1]. Điều khó khăn thường gặp là khi so sánh kết quả thu được từ các phương pháp khác nhau cùng trên một mẫu giống nhau. Do vậy mà tiêu chuẩn này sẽ đưa ra những chi tiết làm giảm thiểu sự dao động giữa các phòng thí nghiệm trong việc xác định sự phân bố cấp hạt của đất khoáng. Chính vì vậy mà các cấp hạt khác nhau sẽ được xác định bằng cách cân. Nếu không dùng phương pháp này, thì báo cáo thử nghiệm trong tiêu chuẩn này (điều 10) sẽ không phù hợp.

Cả hai phương pháp pipet và tỷ trọng kế đều được giả thiết rằng sự sa lắng của các hạt trong ống sa lắng hình trụ là tuân theo định luật Stokes (Stokes' Law) [1,6,9] và giả sử rằng:

TCVN 6862:2001

- a) các hạt rắn và có dạng hình cầu đều;
- b) các hạt sa lắng trong một dòng hẹp (Laminar Law), tức là số Reynolds là nhỏ hơn 0,2. Điều này chỉ đúng đối với các hạt hình cầu có đường kính tương đương lớn hơn 0,06 mm cho sự sa lắng theo Stokes của trọng lực [1];
- c) huyền phù đủ loãng để đảm bảo rằng không có hạt nào có sự liên kết với các hạt khác khi sa lắng;
- d) không có sự tương tác giữa hạt và chất lỏng;
- e) đường kính của cột huyền phù là lớn so với đường kính các hạt, nghĩa là dòng lỏng là "hoàn toàn tự do";
- f) các hạt đạt tới tốc độ tới hạn;
- g) các hạt có khối lượng riêng tương tự như nhau.

Vì vậy, đường kính của hạt chỉ giới hạn trong đường kính của hình cầu để toàn bộ đặc điểm của chúng trong huyền phù phù hợp với đặc điểm của hạt. Đây là quan niệm *đường kính hình cầu tương đương*. Đó là nguyên tắc để biểu diễn đường kính của hạt, thu được từ phương pháp sa lắng trong tiêu chuẩn này.

Định luật Stokes có thể được viết dưới dạng sau:

$$t = 18 \eta h / [(\rho_s - \rho_w) g d_p^2]$$

trong đó

- t là thời gian sa lắng của các hạt có đường kính d_p , tính bằng giây;
- η là độ nhớt động học của nước ở nhiệt độ thí nghiệm, (bảng B.2), tính bằng milipascal trên giây;
- h là độ sâu lấy mẫu, tính bằng centimét;
- ρ_s là khối lượng riêng trung bình của hạt, tính bằng megagam trên mét khối (lấy bằng 2,65; xem chú thích);
- ρ_w là khối lượng riêng của chất lỏng có chứa các hạt đất lơ lửng, tính bằng megagam trên mét khối (lấy bằng 1,00; xem chú thích);
- g là gia tốc trọng trường, tính bằng centimét trên giây bình phương (lấy bằng 981);
- d_p là đường kính hình cầu tương đương của hạt cần xác định, tính bằng milimét.

Chú thích – Trên thực tế có sự khác nhau về khối lượng riêng của các hạt đất, nhưng theo tiêu chuẩn này thì lấy khối lượng riêng trung bình của cát thạch anh, tức là $2,65 \text{ Mg/m}^3$ [10], vì đây là loại khoáng phổ biến nhất trong nhiều loại đất. Khối lượng riêng của nước là $0,9982 \text{ Mg/m}^3$ và $0,9956 \text{ Mg/m}^3$ ở 20°C và 30°C [8]. Do có thêm một lượng nhỏ các chất phân tán (8.3.2), nên khối lượng riêng của nước được lấy là $1,0000 \text{ Mg/m}^3$ trong khoảng nhiệt độ cho phép của tiêu chuẩn này (8.2.2). Hơn nữa để tiện sử dụng, thời gian lấy mẫu được chuyển thành phút hoặc giờ, cho thích hợp, để giảm rủi ro do sai số (bảng 3).

5 Lấy mẫu ngoài hiện trường

Khối lượng mẫu được lấy ngoài hiện trường sẽ đại diện cho sự phân bố cấp hạt, đặc biệt là nếu các hạt lớn hơn sẽ được xác định một cách tin cậy hơn. Bảng 1 giới thiệu các khối lượng tối thiểu cần lấy.

6 Chuẩn bị mẫu

Các mẫu sẽ được chuẩn bị theo phương pháp được quy định trong TCVN 6647: 2000 (ISO 11464:1994).

Chú thích – Với nhiều mục đích, thành phần cấp hạt được xác định chỉ cho phần đất lọt qua rây 2 mm. Trong trường hợp này mẫu thử (8.5) có thể được lấy theo qui trình trong TCVN 6647:2000 (ISO 11464:1994) hoặc từ vật liệu lọt qua rây 2 mm phù hợp với 7.2.

7 Rây khô (vật liệu > 2mm)

7.1 Khái quát

Cách tiến hành qui định trong điều này được áp dụng cho vật liệu không lọt qua rây có đường kính mắt rây 2 mm. Bảng 2 đưa ra khối lượng tối đa có thể còn lại trên các rây có đường kính và lỗ rây khác nhau. Nếu lớn hơn số lượng vật liệu còn lại trên rây thì sẽ chia nhỏ cho phù hợp và rây lại.

7.2 Thiết bị, dụng cụ

7.2.1 Rây thử nghiệm, có lỗ rây tương ứng với ISO 565, và có nắp đậy vừa khít và ngăn thu hồi.

Bộ rây phải đáp ứng từ cấp hạt lớn nhất đang được sử dụng (bảng 1, chú thích ở 7.2.3). Lỗ rây được chọn sẽ được ghi trong báo cáo thử nghiệm (điều 10). Hàng tháng độ chính xác của rây cần phải kiểm định lại đối với bộ rây chính dùng cho mục đích này, sử dụng phương pháp đã được chấp nhận như hạt vật liệu đối chứng, kính hiển vi ... [1] phụ thuộc vào kích thước lỗ rây. Dung sai cần phải phù hợp với các yêu cầu của ISO 3310-1 và ISO 3310-2. Rây không đáp ứng các tiêu chuẩn này sẽ không được sử dụng. Việc ghi chép trong khi thử nghiệm sẽ được lưu lại.

Rây bằng đồng có đặc điểm dễ đứt và méo mó, do vậy rây bằng thép không gỉ được khuyến khích sử dụng cho các rây có lỗ lớn.

TCVN 6862:2001

Điều quan tâm là nắp đậy và ngăn thu hồi cấp hạt phải không được thủng. Rây phải được kiểm tra hàng tuần nếu sử dụng thường xuyên, nếu ít sử dụng phải kiểm tra trước khi tiến hành. Các ghi chép ở mỗi lần kiểm tra cần phải được lưu giữ. Không sử dụng các rây có lỗ hình tròn.

7.2.2 Cân, có khả năng cân với độ chính xác $\pm 0,5$ g.

7.2.3 Máy lắc rây cơ học

Chú thích – Thông thường không sử dụng máy lắc cơ học với rây có lỗ lớn hơn 20 mm, trừ khi có các thiết bị thích hợp. Máy lắc rây cơ học là cơ sở để tăng hiệu quả rây ở các rây có lỗ nhỏ hơn.

7.2.4 Một bàn chải rây và một bàn chải cứng

7.3 Cách tiến hành

Cân mẫu khô đã được chuẩn bị theo TCVN 6647: 2000 (ISO 11464:1994) với độ chính xác 0,5 g (m_1). Đổ vật liệu đã được cân vào rây 20 mm và dùng bàn chải cứng chải nhẹ nhàng lên vật liệu ở trên rây (để tách các chất bám dính vào đất), rồi rây vật liệu. Làm cẩn thận để tránh phá vỡ các hạt đất nguyên sinh. Rây lượng vật liệu còn giữ lại trên lưới rây (7.1.1) và ghi lượng còn lại trên mỗi rây với độ chính xác 0,5 g. Không đổ quá đầy trên rây nhưng phải rây vật liệu cho đủ lượng cần thiết (bảng 1).

Cân lượng vật liệu đã lọt qua lỗ rây 20 mm (m_2), hoặc một phần thích hợp thu được của nó (m_3) (bảng 2) bằng các phương pháp lấy mẫu thích hợp (điều 6), và đổ lên bộ rây, rây ở dưới cùng có lỗ rây 2 mm. Lắc rây cơ học cho đến khi không còn vật liệu lọt qua các rây (xem chú thích). Ghi khối lượng vật liệu còn lại trên mỗi rây và khối lượng lọt qua rây có lỗ 2 mm.

Tổng khối lượng của các cấp hạt sẽ không được sai quá 1% so với m_2 hoặc m_3 . Nếu không, sau đó sẽ phải kiểm tra lại sự hỏng hóc của rây (chú thích ở 7.2.3).

Yêu cầu kỹ thuật của rây cần được kiểm định để sử dụng với vật liệu thử cho thích hợp, ví dụ vật liệu có hạt chuẩn đối chứng, ballotini, mỗi tháng một lần. Kết quả kiểm tra cần được ghi lại.

Chú thích – Trong thực tế, thường phải chọn thời gian chuẩn lắc rây thích hợp cho nhiều loại vật liệu. Thời gian tối thiểu được đề nghị là 10 phút.

Bảng 1 – Khối lượng mẫu đất được lấy để rây

Kích thước tối đa của vật liệu tạo nên >10% đất (được cho theo lỗ rây thử nghiệm, mm)	Khối lượng tối thiểu của mẫu cần lấy để rây kg
63	50
50	35
37,5	15
28	6
20	2
14	1
10	0,5
6,3	0,5
5	0,2
2 hoặc nhỏ hơn	0,1

Bảng 2 – Khối lượng tối đa của vật liệu còn lại trên mỗi rây thử nghiệm sau khi kết thúc rây

Lỗ rây thử nghiệm mm	Khối lượng tối đa kg		
	Đường kính rây mm		
	450	300	200
50	10	4,5	
37,5	8	3,5	
28	6	2,5	
20	4	2,0	
14	3	1,5	
10	2	1,0	
6,3	1,5	0,75	
5	1,0	0,5	
3,35			0,3
2			0,2
1,18			0,1
0,6			0,075
0,425			0,075
0,3			0,05
0,212			0,05
0,15			0,04
0,063			0,025

7.4 Tính toán và biểu thị kết quả

Đối với vật liệu còn lại trên lỗ rây 20 mm và lớn hơn, được tính theo tỷ lệ khối lượng còn lại trên mỗi rây theo m_1 . Ví dụ:

$$\text{Phần còn lại trên rây 20 mm} = [m(20 \text{ mm})] / m_1$$

Phần lọt qua rây 20 mm, nhân khối lượng lọt qua mỗi rây với m_2 / m_3 và tính theo m_1 . Ví dụ:

$$\text{Phần còn lại trên rây 6,3 mm} = m(6,3 \text{ mm}) [(m_2 / m_3) / m_1]$$

Trình bày kết quả dưới dạng bảng, cần chỉ rõ hai đặc điểm quan trọng, phần khối lượng còn lại trên mỗi rây và phần lọt qua rây 2 mm. Số liệu được sử dụng để dựng đường cong phân bố tích lũy (hình 1).

8 Rây ướt và sa lắng (vật liệu < 2 mm)

8.1 Khái quát

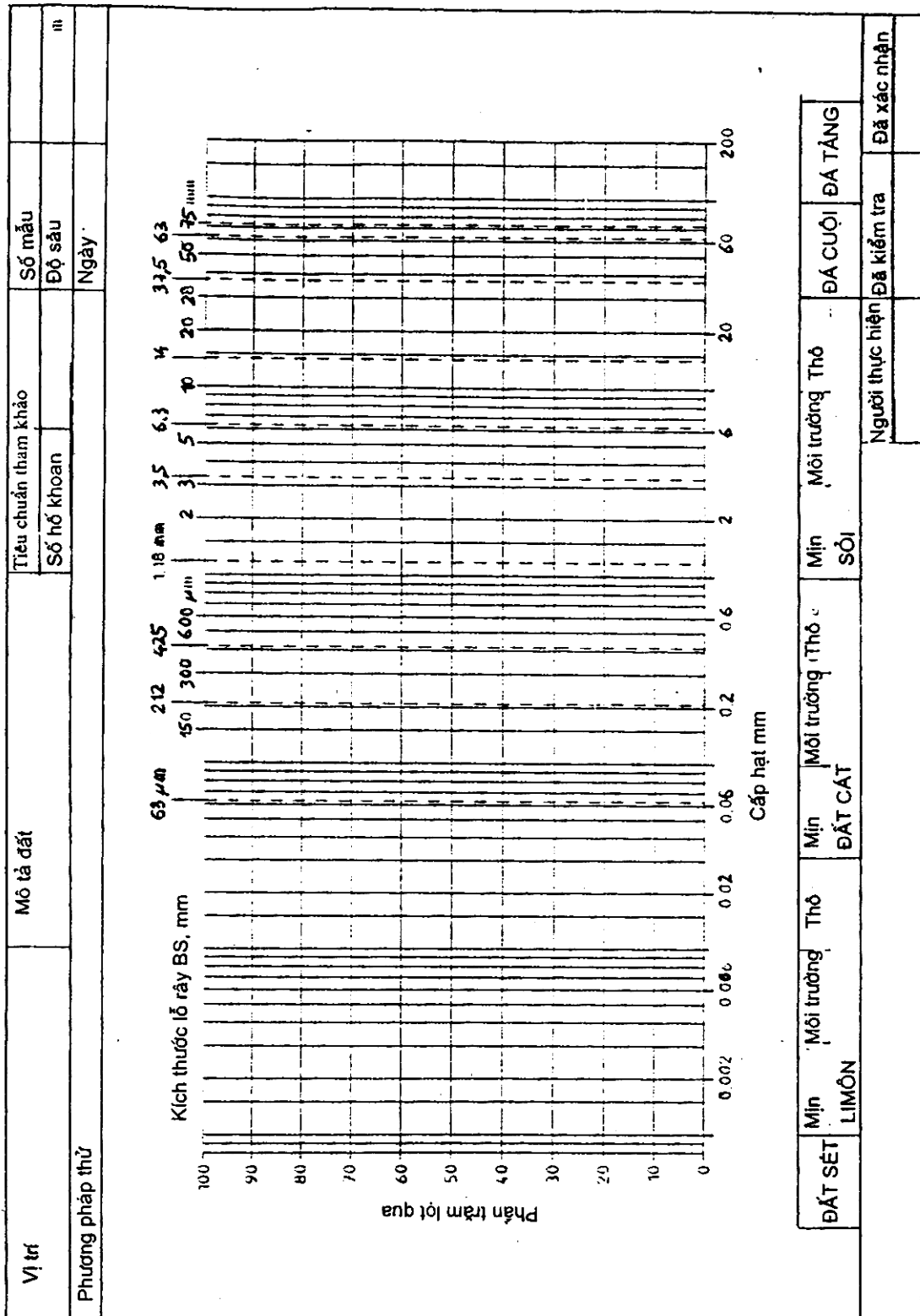
Phần này qui định cách tiến hành (xem hình 2) xác định sự phân bố kích thước hạt của vật liệu lọt qua lỗ rây có đường kính hình cầu tương đương 2 mm đến < 0,002 mm (xem chú thích). Với mục đích đảm bảo các hạt đất nguyên thủy được tách rời nhau không ở trạng thái liên kết, chất hữu cơ và các muối được loại bỏ, đặc biệt là các muối ít hoà tan như thạch cao vì chúng cản trở sự phân tán của đất và/hoặc tăng sự liên kết của các hạt đất mịn lơ lửng (8.6), các chất làm phân tán được cho thêm vào (8.8). Cách tiến hành này được qui định trong tiêu chuẩn, nếu không sẽ làm mất hiệu lực trong việc áp dụng của phương pháp. Đôi khi các sắt oxyt và cacbonat, đặc biệt là canxi cacbonat và/hoặc magiê, cũng được loại bỏ. Cách chuẩn bị tiến hành loại bỏ các thành phần này ở chú thích trong 8.7. Sự loại bỏ bất kỳ một thành phần nào cũng cần được ghi lại trong báo cáo kết quả thử nghiệm (điều 10).

Chú thích – Sự sa lắng do trọng lực có thể cho phép xác định tổng khối lượng các hạt có đường kính < 0,002 mm. Tuy nhiên phương pháp này không đáng tin cậy đối với các hạt nhỏ hơn nữa, vì các hạt có đường kính hình cầu tương đương nhỏ hơn 0,001 mm hầu như không bị chìm lắng do sự chuyển động Brown [1].

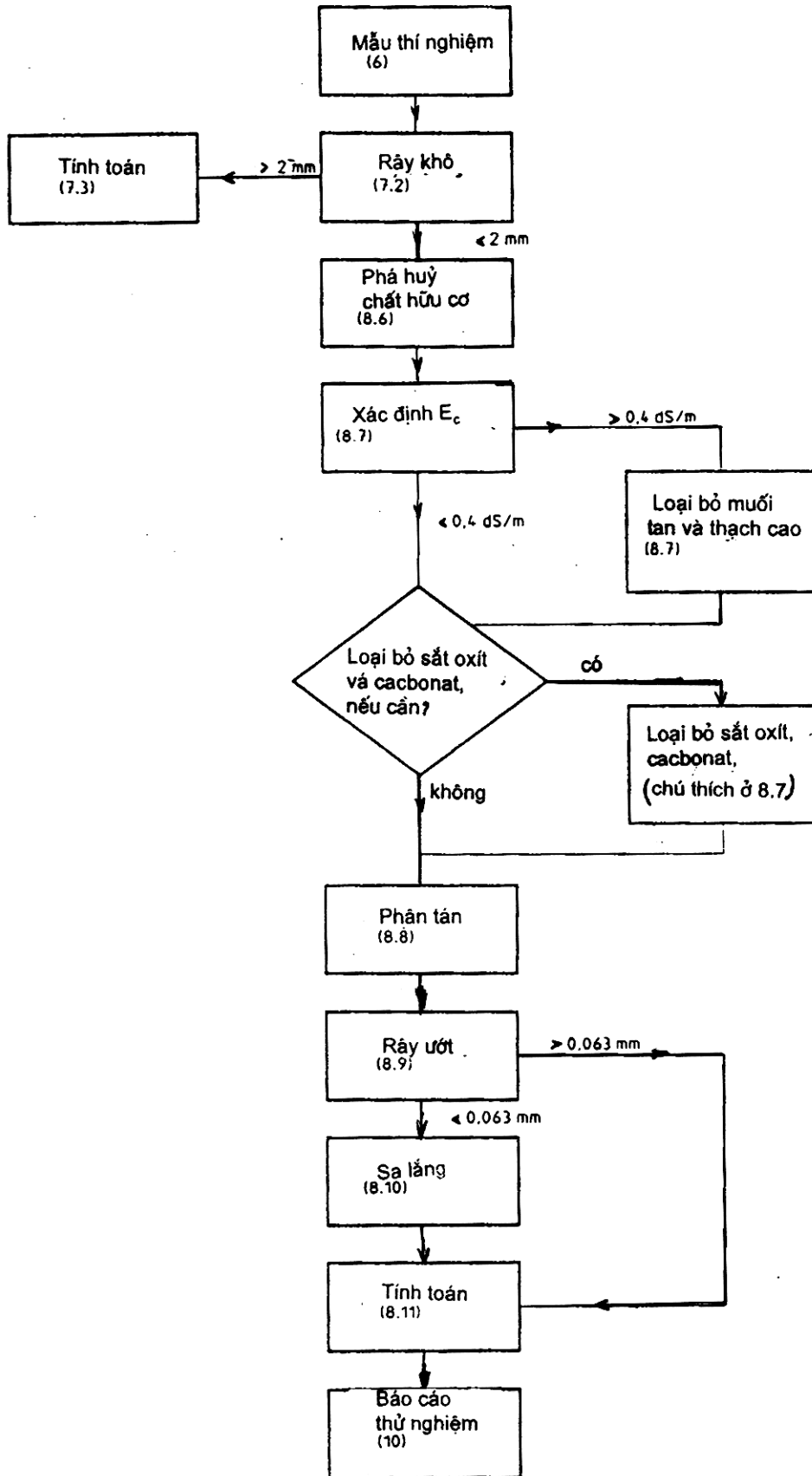
8.2 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị được qui định dưới đây đủ để phân tích một mẫu. Rõ ràng là phân tích đồng thời nhiều mẫu sẽ có hiệu quả hơn. Kinh nghiệm cho thấy [9] một người có thể tiến hành đồng thời 36 mẫu trong một đợt tại thời gian thiết bị hoạt động, đặc biệt là nếu việc tính toán được liên kết với một máy tính.

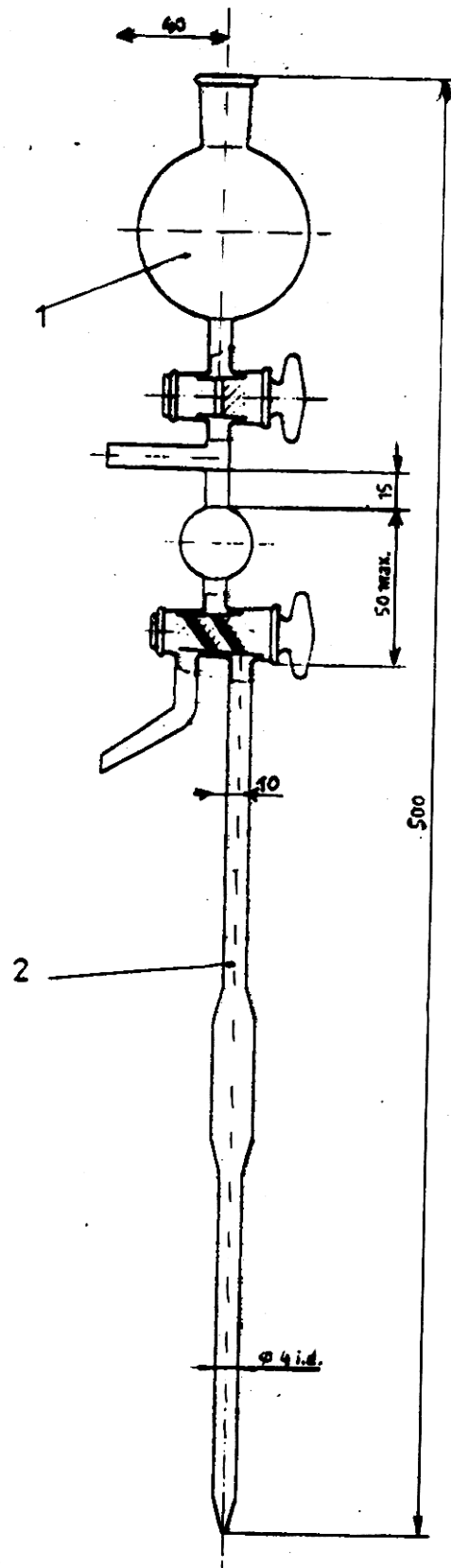
8.2.1 Pipét lấy mẫu có kiểu tương tự như ở hình 3 [4], yêu cầu chính là mẫu phải lấy được ở cả những vùng nhỏ nhất của huyền phù. Thể tích của pipet không nhỏ hơn 10 ml và được giữ bằng một cái khung để có thể đưa tới độ sâu cố định trong ống sa lắng (hình 4).



Hình 1 – Biểu đồ phân bố cấp hạt



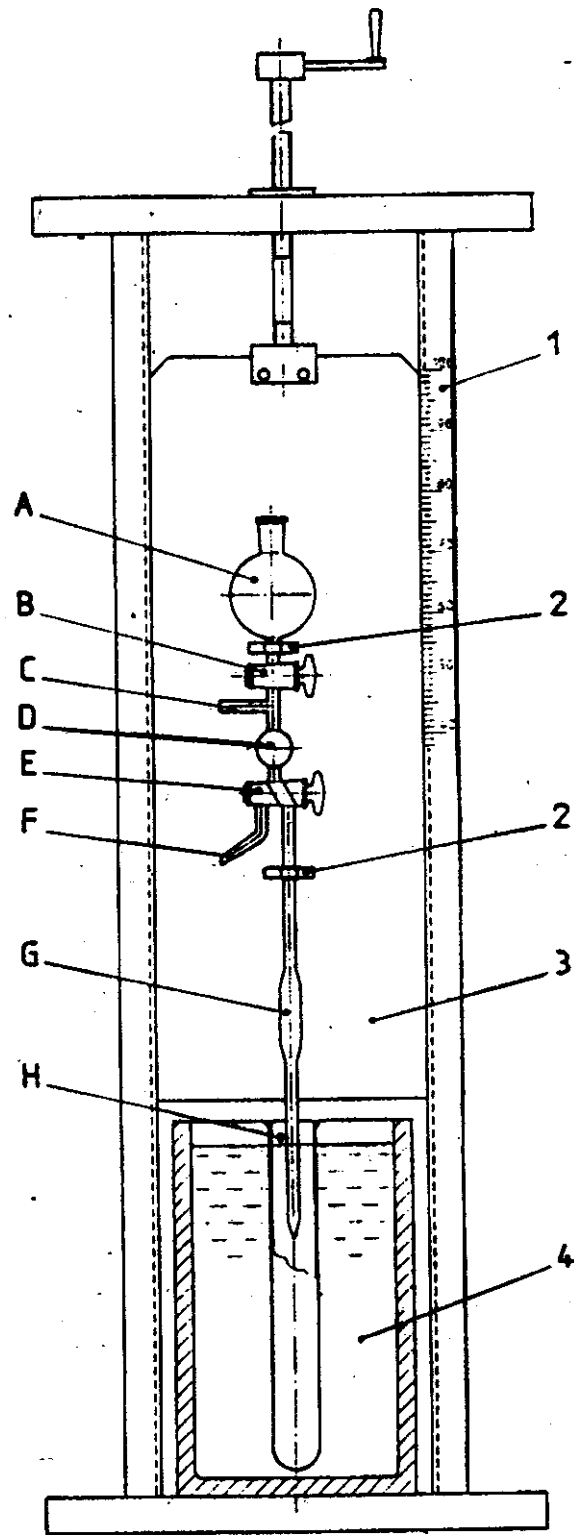
Hình 2 – Biểu đồ các bước tiến hành



- 1 Dung tích bầu khoảng 125 ml.
 2 Pipét và van ở trên dung tích ~ 10 ml.

Chú thích – Kích thước này là tương đối phù hợp, tuy nhiên có thể có các kích thước khác nhau được sử dụng.

Hình 3 – Pipét lấy mẫu để thử sa lắng



- | | | | |
|--------|--------------------------------|------------------------------------|------------------|
| A và B | Bầu phễu 125 ml có van | G | Pipét lấy mẫu |
| C | Bầu hút an toàn | H | Ống sa lắng |
| D | Bầu an toàn | D, F và G được nối với cửa 3 van E | |
| F | Ống thoát | 3 | Bản trượt |
| 1 | Vạch chia độ tính bằng milimét | 4 | Bể nước ổn nhiệt |
| 2 | Bản kẹp | | |

Chú thích – Kích thước này là tương đối phù hợp, nhưng cũng có thể có các kích thước khác nhau được sử dụng

Hình 4 – Dụng cụ để hạ thấp pipét lấy mẫu trong dung dịch huyền phù

Chú thích – Kinh nghiệm cho thấy rằng pipet có dung tích lớn hơn 50 ml sẽ phù hợp hơn cho hầu hết các mục đích. Pipet có dung tích 25ml là thuận lợi cho phép phân tích bình thường, nhưng pipet có dung tích nhỏ hơn sẽ phù hợp cho các đất có ít nhất 10% khối lượng cấp hạt có đường kính hình cầu tương đương < 0,063 mm. Nếu nhỏ hơn lượng này thì độ chính xác thu được sẽ lớn hơn với pipet có dung tích lớn.

8.2.2 Phòng hoặc bể ổn định nhiệt độ, có thể duy trì nhiệt độ trong khoảng 20°C và 30°C ± 0,5°C. Nếu bể được sử dụng, thì phải thoả mãn sao cho ống lắng đọng được ngâm chìm xuống đến vạch 500 ml, và không được làm xáo trộn các chất ở trong ống. Tương tự, nếu sử dụng phòng ổn định nhiệt độ, thì phòng đó phải được xây dựng sao cho các hoạt động không gây nên sự rung động ống sa lắng và các chất ở trong ống.

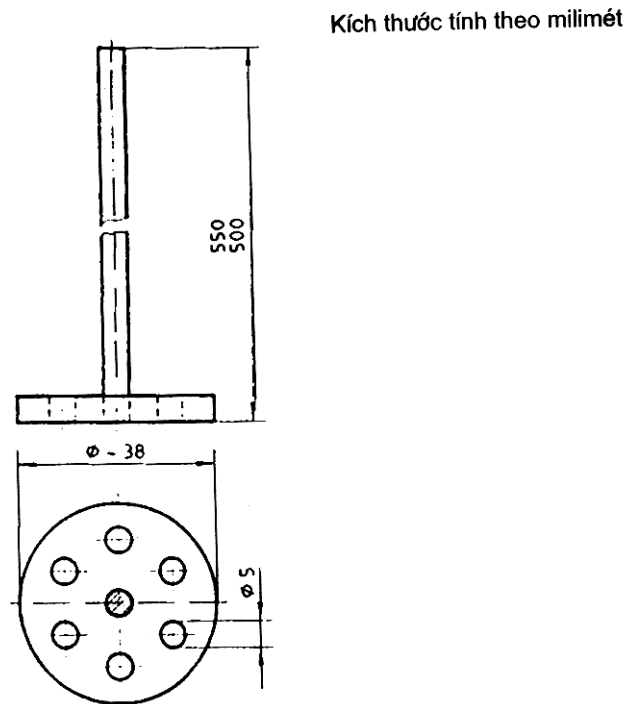
Chú thích – Phạm vi nhiệt độ này đã được chọn để tạo điều kiện duy trì được nhiệt độ ổn định thích hợp ở các vùng khác nhau trên thế giới. Hơn nữa nhiệt độ thấp thì thời gian sa lắng cũng phù hợp hơn với ngày làm việc trung bình, còn ở ngưỡng nhiệt độ cao là phù hợp cho sự sa lắng của cấp hạt có đường kính hình cầu tương đương 0,063 mm (điều 4, bảng 3).

Bảng 3 – Thời gian lấy mẫu bằng pipet và d_p (khối lượng riêng của hạt là 2,65 Mg/m³) tại độ sâu lấy mẫu 100 mm ± 1 mm ở các nhiệt độ khác nhau

Nhiệt độ °C	Thời gian, sau khi trộn, bắt đầu lấy mẫu								
	mẫu thứ nhất ¹⁾		mẫu thứ hai		mẫu thứ ba		mẫu thứ tư		
	Phút	Giây	Phút	Giây	Phút	Giây	Giờ	Phút	Giây
20	0	56	4	38	51	35	7	44	16
21	0	54	4	32	50	27	7	34	4
22	0	53	4	26	49	19	7	23	53
23	0	52	4	19	48	8	7	13	13
24	0	51	4	13	47	0	7	3	2
25	0	49	4	7	45	52	6	52	50
26	0	48	4	2	44	53	6	44	2
27	0	47	3	57	43	58	6	35	42
28	0	46	3	52	42	59	6	28	53
29	0	45	3	47	42	3	6	18	33
30	0	44	3	41	41	5	6	9	45
d_p (mm)	0,063		0,020		0,006		0,002		
1) Độ sâu lấy mẫu 200 mm ± 1 mm để thời gian thích hợp cho sự ổn định của các chất huyền phù sau khi trộn.									

8.2.3 Hai ống sa lắng bằng thủy tinh, không có miệng rót, đường kính trong xấp xỉ 50 mm và chiều cao 350 mm, có chia vạch ở mức thể tích 500 ml, với một nút cao su hoặc một que khuấy.

8.2.4 Que khuấy làm bằng vật liệu không bị ăn mòn, như ở hình 5.



Chuẩn bị que khuấy như đã nêu trên bằng các vật liệu thích hợp như:

- đồng hoặc nhôm.
- chất dẻo làm kính máy bay/ thủy tinh plexi
- một nút bằng cao su được gắn trên que thủy tinh, ...

Hình 5 – Que khuấy; nút có lỗ được gắn trên que thủy tinh, ví dụ

8.2.5 **Năm cốc cân bằng thủy tinh**, có khối lượng đã biết trước, với độ chính xác 0,000 1 g.

8.2.6. **Máy lắc cơ học** có khả năng giữ cho 30 g đất ở trạng thái lơ lửng trong 150 ml chất lỏng. Thiết bị này có thể quay ngược bình chứa 30 - 60 lần trong một phút là thích hợp. Loại máy lắc khác và máy lắc đứng theo chiều nằm ngang là không thích hợp và không được sử dụng (xem chú thích ở 8.9).

8.2.7. **Rây thử nghiệm** phù hợp với ISO 565, ISO 3310-1 và ISO 3310-2 có kích thước lỗ rây 2 mm và 0,063 mm và hai rây trung gian. Báo cáo thử nghiệm cần phải ghi rõ các lỗ rây đã sử dụng. Không sử dụng rây có lỗ rây hình tròn.

Chú thích – Sự lựa chọn rây có lỗ 0,063 mm ở đây là một ví dụ, nhưng nó phù hợp với giới hạn rộng rãi của kích thước hạt đến ranh giới trên của cấp hạt limôn (Silt). Do các yêu cầu của từng nơi mà có thể lựa chọn các lỗ

rây khác nhau. Sự lựa chọn lỗ rây cho các rây trung gian cũng tùy thuộc từng địa điểm, tuy nhiên kinh nghiệm cho thấy rây có lỗ gần với 0,2 mm và 0,1 mm là hay sử dụng cho phạm vi rộng của đất.

8.2.8 Máy phân chia mẫu thích hợp (điều 6)

8.2.9 Cân, có khả năng cân với độ chính xác $\pm 0,0001$ g.

8.2.10 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ ở 105°C và 110°C.

8.2.11 Đồng hồ bấm giây, có thể đọc được đến một giây.

8.2.12. Bình hút ẩm chứa Silica gel khô (thích hợp hơn là loại tự chỉ thị), có khả năng chứa được 5 cốc cân đã biết trước khối lượng. Chất hút ẩm sẽ được kiểm tra hàng ngày và được sấy khô trong khoảng 105 °C và 110 °C khi không còn tác dụng hút ẩm.

8.2.13. Cốc bằng thủy tinh dung tích 650 ml có dáng cao có nắp đậy bằng thủy tinh, hoặc một bình ly tâm có nắp vặn chắc chắn chống rò rỉ.

Chú thích – Thiết bị này được sử dụng xử lý hoá học trước để làm phân tán đất. Một vấn đề thường gặp trong khi tiến hành là có nhiều phần tử đất rất nhỏ dính bám vào thành cốc. Vấn đề này sẽ được giảm thiểu nếu việc xử lý được thực hiện trong bình ly tâm bằng chất polycacbonat hoặc polysunphon. Cả hai loại vật liệu này sẽ chịu đựng được sự đốt nóng ở 120 °C và các tác động của hydro peoxit và các chất làm phân tán. Việc sử dụng chúng cũng giảm bớt đáng kể thời gian thao tác.

8.2.14 Máy li tâm, có khả năng giữ được các bình ly tâm dung tích 300 ml (xem 8.8).

8.2.15 Ống đong hình trụ 100 ml.

8.2.16 Pipet 25 ml

8.2.17 Phễu lọc bằng thủy tinh có thể giữ được rây 0,063 mm.

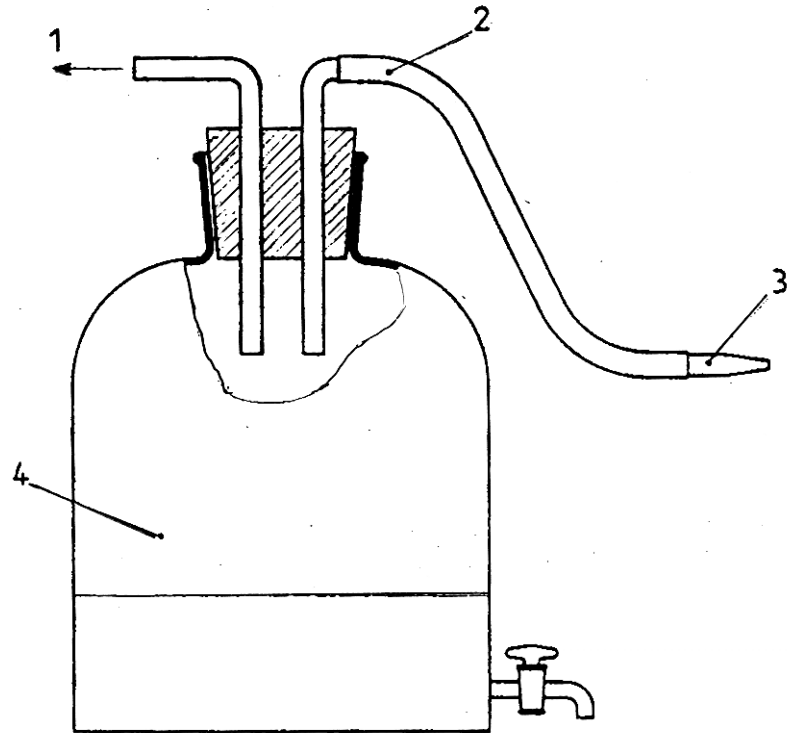
8.2.18 Bình rửa chứa nước (8.3).

8.2.19 Que khuấy, bằng thủy tinh hoặc chất dẻo cứng, dài 150 mm đến 200 mm và đường kính ít nhất là 4 mm, có bọc cao su ở đầu cuối.

8.2.20 Bếp điện, có khả năng duy trì nhiệt độ ở 105°C và 110°C.

Chú thích – Bếp điện phẳng là rất cần thiết nếu các bình ly tâm làm bằng chất dẻo được sử dụng để xử lý hoá học, nhưng đèn Bunsen, lưới đan kim loại mỏng hoặc một cái kiềng ba chân cũng có thể được dùng nếu sử dụng cốc thủy tinh.

8.2.21 Dụng cụ hút tương tự như ở hình 6 là thông dụng, nhưng không phải bắt buộc.



- 1 Nối với máy hút chân không
- 2 Ống bằng chất dẻo
- 3 Pipet Pasteur hoặc tương tự
- 4 Bình chứa (5 l hoặc 10 l).

Hình 6 – Phác hoạ dụng cụ hút

8.2.22 Bàn chải râu.

8.2.23 Máy đo độ dẫn điện chính xác đến 0,1 dS/m

8.3 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải đạt độ tinh khiết phân tích. Nước sử dụng tương ứng loại 2 của TCVN4851–89 (ISO 3696:1987), tức là có độ dẫn điện không lớn hơn 0,1 dS/m ở 25°C vào thời điểm sử dụng.

8.3.1 Dung dịch hydro peroxit, 30% theo thể tích.

Chú thích – Dung dịch 30% theo thể tích là dung dịch có thể sinh ra 30 ml khí oxy từ 100 ml dung dịch (ở điều kiện chuẩn của nhiệt độ và áp suất), khi khử nước bằng phản ứng hoá học hoặc bằng cách đun sôi.

8.3.2 Dung dịch chất phân tán

Dung dịch được chuẩn bị bằng cách hoà tan 33 g natri hexameta phosphat và 7 g natri cacbonat khan trong một lít nước. Đó là chất phân tán thích hợp. Bảo quản và đựng dung dịch trong bình màu tối để tránh ánh sáng trực tiếp. Ghi ngày pha dung dịch lên bình. Dung dịch này không bền chỉ sử dụng trong một tháng.

Chất độn natri hexameta phosphat có tên thương mại là "Calgon". Các chất được bán như vậy thường không ghi tên thuốc thử trên nhãn, nó có thành phần thay đổi nên không được dùng làm tác nhân phân tán theo phương pháp trong tiêu chuẩn này [11].

Nhiều chất làm phân tán khác cũng được sử dụng (xem chú thích), sự lựa chọn đó phải được ghi trong báo cáo thử nghiệm (điều 10). Dù thế nào đi nữa, chất phân tán phải phù hợp cho từng loại đất cụ thể, cần thiết phải kiểm tra chất huyền phù bằng mắt để bảo đảm rằng có sự phân tán tốt và huyền phù ổn định tức là không có hoặc không xảy ra sự xuất hiện tụ keo. Sự kiểm tra này cần được tiến hành trên tất cả các mẫu thử.

Chú thích – Natri cacbonat là dung dịch đệm, chất huyền phù của đất có ở khoảng pH = 9,8. Chất làm phân tán này có hiệu quả với nhiều loại đất. Tuy nhiên, nếu có dấu hiệu cho thấy quá trình phân tán không có hiệu quả sau khi loại bỏ muối thì trước hết phải xem xét có thể có mặt các muối gây tụ keo (xem 8.8). Nếu quá trình phân tán vẫn không có kết quả sau khi đã loại muối, thì sử dụng các chất làm phân tán khác thay thế. Chất phân tán có hiệu quả cao nhưng ít được sử dụng, là khi pha thay thế 20% thể tích của dung dịch natri cacbonat bằng dung dịch amoniac, theo tỷ lệ 5 ml dung dịch amoniac với 150 ml dung dịch hexameta phosphat. Có nhiều chất làm phân tán [2]. Dù chất nào được lựa chọn, cũng cần cân nhắc khảo sát để xác minh hiệu quả của nó. Cần nhớ rằng một số loại đất rất dễ phân tán nếu phân tích ở trạng thái không sấy khô đất (phụ lục A). Một số loại đất hình thành từ sản phẩm của núi lửa phun trào gần đây dễ dàng bị phân tán trong môi trường axit [12].

8.3.3 Octan-2-ol hoặc chất chống tạo bọt dễ bay hơi tương tự

Chú thích – Octan-2-ol có hiệu quả và độ bền khá cao. Etanol hoặc metanol cũng có thể được sử dụng, nhưng không nên sử dụng pentan-2-ol (amyl alcohol) vì có khả năng gây ra nhiều quá trình phụ.

8.4 Hiệu chuẩn

8.4.1 Pipet lấy mẫu (hình 4)

Rửa sạch và sấy khô pipet cẩn thận, và ngâm đầu pipet trong nước có nhiệt độ giống như nhiệt độ môi trường ổn định (8.2.2). Nối dụng cụ hút với C, hút nước vào trong pipet đến trên E. Tháo lượng nước thừa phía trên E qua F. Tháo nước trong pipet vào bình đã biết trước khối lượng, và xác định khối lượng mới. Trên cơ sở chênh lệch khối lượng đã biết, tính dung tích của pipet. Làm lặp lại thí nghiệm này ba lần rồi lấy giá trị trung bình của ba dung tích và được xem là dung tích trong của pipet, với độ chính xác là 0,05 ml (V_c ml).

8.4.2 Hiệu chỉnh chất làm phân tán

TCVN 6862:2001

Sau đây là cách tiến hành chuẩn bị chất phân tán cho mỗi lần thí nghiệm.

Lấy 25 ml dung dịch chất làm phân tán bằng pipét cho vào một ống sa lắng bằng thủy tinh, và làm đầy bằng nước đến vạch 500 ml. Trộn đều lượng trong ống. Để ống vào môi trường có nhiệt độ ổn định ít nhất một giờ. Trong khoảng thời gian giữa các lần lấy mẫu (bảng 3), lấy một mẫu (V_c ml) của dung dịch chất phân tán từ ống sa lắng bằng pipet lấy mẫu. Tháo dung dịch ở pipét vào cốc đã biết trước khối lượng, và sấy khô lượng trong cốc ở 105°C và 110°C . Sau đó làm nguội cốc trong bình hút ẩm rồi xác định khối lượng còn lại trong cốc chính xác đến xác $0,0001$ g (m_r).

Chú thích – Thời gian cân bằng nhiệt trong nước tối thiểu là một giờ, nhưng nếu có nhiều ống cùng đặt trong một bể thì sự cân bằng nhiệt sẽ cần ít nhất là 4 giờ. Trong trường hợp như vậy cần sắp xếp công việc để sự cân bằng xảy ra qua đêm. Sự cân bằng sẽ được thiết lập nhanh hơn nếu nước luôn được tiếp để ngập các ống, hoặc có nhiệt độ tương tự gần với nhiệt độ ổn định của môi trường.

8.5 Mẫu thí nghiệm

Mẫu thí nghiệm được lấy từ vật liệu lọt qua lỗ rây 2 mm (điều 6 và 7.2) và cân với độ chính xác $0,001$ g (m_s). Khối lượng mẫu thí nghiệm phụ thuộc vào loại đất. Khoảng 30 g cho đất cát và 10 g cho đất sét là thích hợp khi phân tích bằng pipet. Đối với phương pháp xác định theo tỷ trọng kế (phụ lục B) thì lượng vật liệu lấy gấp đôi. Cho mẫu thử vào cốc thủy tinh 650 ml hoặc bình ly tâm 300 ml (8.2.13 và phần chú thích của nó).

Chú thích – Đất có hàm lượng hữu cơ cao sẽ có tỷ lệ khoáng thấp. Có thể lấy đến 100 g để có đủ hàm lượng khoáng cho quá trình phân tích kích thước các cấp hạt của thành phần này. Với vật liệu có hàm lượng hữu cơ cao cần dùng một vài loại cốc thích hợp để dễ dàng thao tác, sau đó phần khoáng thu được sẽ gộp lại cho các bước phân tích sau.

8.6 Phá huỷ các chất hữu cơ

Chất hữu cơ trong đất được phá huỷ bằng dung dịch hydro peoxit như sau. Thêm khoảng 30 ml nước vào mẫu thử và để cho ướt đều mẫu (xem chú thích 1 dưới đây). Thêm 30 ml dung dịch 30% thể tích hydro peoxit, và trộn nhẹ lượng trong cốc bằng đũa thủy tinh hoặc đũa nhựa. Phản ứng mạnh có thể gây sủi bọt khi trộn mẫu. Hiện tượng này có thể được kiểm soát bằng việc cho thêm vài mililit octan- 2- ol. Sau đó để các phản ứng mạnh giảm đi.

Cảnh báo – Bước này cần tiến hành cẩn thận. Hydro peoxit có thể phân huỷ mạnh một số dạng chất hữu cơ, các hợp chất mangan và một phần các hạt nhỏ của sắt sunphit, tất cả có thể có ở trong đất. Không thể đánh giá tốc độ phản ứng bằng việc chỉ nhìn trên bề mặt của cốc, đồng thời cũng không được tăng cường phản ứng bằng việc đốt nóng hoặc thêm nhiều hydro peroxit.

Nếu sử dụng cốc 650 ml, đặt cốc bằng nắp thủy tinh và để qua đêm. Để cốc trên bếp điện hoặc đèn Bunsen thích hợp (8.2.20) và đốt nóng nhẹ. Làm giảm sự sôi bọt bằng octan- 2- ol như trên, và khuấy lượng này thường xuyên. Không được để cho mẫu bị khô, cho thêm nước nếu cần. Làm cho chất sa lắng sôi nhẹ và đun cho đến khi không còn các dấu hiệu sôi bọt do quá trình phân hủy chất hydro peroxid. Nếu vẫn còn chất hữu cơ chưa bị phân hủy, thì lấy cốc ra khỏi bếp điện, để nguội và lặp lại cách xử lý với hydro peroxid. Đất giàu hữu cơ cần phải xử lý nhiều lần, phản ứng sẽ hết sau hai hoặc ba lần xử lý liên tục với nhiều peroxid.

Nếu quá trình phá hủy chất hữu cơ được thực hiện trong bình ly tâm, thì thể tích của mẫu phải đạt đến khoảng 150 ml đến 200 ml bằng cách cho thêm nước. Nếu sử dụng cốc thủy tinh, thì chuyển lượng đó vào bình ly tâm, chuyển hết lượng vật liệu, kể cả các hạt nhỏ bám vào thành cốc, bằng đũa thủy tinh có bọc cao su ở đầu. Cần chú ý là thể tích cuối cùng cần phải có khoảng từ 150 ml đến 200 ml. Ly tâm bình sao cho thu được một chất lỏng trong trên bề mặt [(15 phút ở máy có lực ly tâm tối thiểu RCF là 400g)], gạn phần chất lỏng bằng các dụng cụ hút. Lặp lại cách xử lý này cho đến khi chất lỏng trên bề mặt không còn màu hoặc gần như không màu.

Chú thích 1 – Các chất hữu cơ khô thường rất kỵ nước, do vậy trong trường hợp này việc cho thêm vài giọt octan- 2- ol sẽ có tác dụng tốt.

Nếu không có máy ly tâm, thì phần khoáng có thể được làm đông tụ bằng cách thêm 25 ml dung dịch CaCl_2 1 mol/l. Khuấy cẩn thận, thêm khoảng 250 ml nước, để yên cho đến khi chất lỏng trên bề mặt trở nên trong, sau đó dùng ống hút hoặc gạn phần nước trong khỏi phần còn lại. Thêm 250 ml nước và lặp lại quá trình rửa cho đến khi mẫu tối của các chất hữu cơ bị phân hủy. Kiểm tra độ dẫn điện của nước rửa để còn dưới 0,4 dS/m trước khi làm phân tán phần còn lại (8.8).

Cũng có thể lọc cặn từ bước oxi hoá trên giấy lọc cứng chịu nước tốt (kích thước lỗ $2,7\mu\text{m}$ là thích hợp), sau đó rửa cẩn thận với nước bằng các bình rửa. Điều quan trọng là khi lọc không được để các hạt sét chui qua giấy lọc. Nếu các hạt chui qua giấy lọc, cho dịch lọc trở lại bình chứa, thêm dung dịch CaCl_2 vào chất huyền phù như ở trên, khuấy và lọc lại.

Nếu quá trình keo tụ bằng CaCl_2 , hoặc lọc không có kết quả tốt trong việc ngăn chặn các hạt đất mịn bị mất, thì có thể thêm vài giọt dung dịch nhôm sunfat 60 g/l vào chất huyền phù đất và khuấy. Chỉ sử dụng một lượng tối thiểu nhôm sunfat, nếu quá nhiều sẽ gây khó khăn khi làm phân tán đất.

Chú thích 2 – Các phần tồn dư của các hợp phần linh hoạt biến đổi (gỗ) rất khó bị phân hủy và chúng thường không bị phân hủy hoàn toàn. Các phần tồn dư như vậy thường được coi là đã được phân hủy khi chúng không còn vết màu tối.

Chuyển mẫu đã được rửa sang bình ly tâm. Trong tất cả các trường hợp, không nhất thiết phải làm mất màu hoàn toàn các chất lỏng trên bề mặt, tuy nhiên phải loại bỏ được phần lớn các phần phân hủy màu

TCVN 6862:2001

đen của chất hữu cơ và dung dịch phải trong. Việc sử dụng dung dịch canxi clorua hoặc nhôm sulfat kết hợp với lọc, gạn hoặc hút đều phải được ghi chép trong phần báo cáo thử nghiệm (điều 10).

8.7 Tách các muối tan và thạch cao

Sau khi tách và phân huỷ chất hữu cơ, thêm lượng nước vào đất trong bình ly tâm sao cho tỷ lệ đất/nước nằm trong khoảng 1/4 và 1/6 theo thể tích. Lắc mạnh lượng trong bình để tất cả các chất sa lắng được phân tán hoàn toàn, sau đó lắc trên máy lắc đảo chiều trong 1 giờ. Ly tâm để thu phần dịch trong trên bề mặt và đo độ dẫn điện (E_c). Nếu $E_c < 0,4$ dS/m, chứng tỏ các muối tan và thạch cao là không đáng kể. Nếu $E_c > 0,4$ dS/m thì loại bỏ phần dung dịch trong có E_c vừa mới được đo. Thêm 250 ml nước vào đất còn lại, đậy nắp rồi lắc trên máy lắc đảo chiều trong 1 giờ. Ly tâm để thu phần dịch trong trên bề mặt và đo lại E_c . Nếu $E_c < 0,4$ dS/m chứng tỏ các muối tan và thạch cao đã được rửa và không còn gây ảnh hưởng đến quá trình phân tán (8.8). Nếu $E_c > 0,4$, thì lặp lại quá trình rửa cho đến khi E_c của dịch trên bề mặt $< 0,4$ dS/m. Ghi lại việc tách thạch cao trong phần báo cáo thử nghiệm (điều 10).

Trong khi bắt buộc tách các muối tan và thạch cao, thì các sắt oxit (và các liên kết nhôm), và của cacbonat không bị tách (xem chú thích dưới đây). Việc tách hay không tách các chất này là do từng vùng quyết định, nếu phải tách thì tiến hành như sau. Sắt oxit được loại bỏ bằng cách lắc đất qua đêm với 40 g/l dung dịch natri dithion pha trong dung dịch đệm gồm 0,3 mol/l natri axetat điều chỉnh đến pH= 3,8 bằng axit axetic, theo tỷ lệ 1 phần đất với 40 phần dung dịch, theo thể tích.

Các đất rất giàu sắt thường cần phải xử lý riêng. Magnetit không chịu tác động của quá trình này (7). Trong một số loại đất, đặc biệt là đất phát triển từ sản phẩm của núi lửa phun trào gần đây, thuốc thử này có thể tách được lượng lớn sắt cũng như nhôm. Canxi và magiê cacbonat được tách bằng cách xử lý đất với một lượng dư tối thiểu dung dịch axit clohydric.

Cách tiến hành sau đây được áp dụng cho nhiều loại đất khác nhau và áp dụng tốt nhất cho đất sau khi loại bỏ chất hữu cơ (8.6). Khi hàm lượng cacbonat lớn hơn khoảng 2 % khối lượng, thêm vào đất đã được rửa và ly tâm (ở trên) 4 ml axit clohydric 1 mol/l cho mỗi một % của cacbonat, cộng thêm 25 ml axit. Thêm nước đến 250 ml, để chất huyền phù trong nồi cách thủy ở 80°C trong 15 phút, thỉnh thoảng khuấy hỗn hợp cho đều. Lấy ra khỏi nồi cách thủy và để qua đêm. Nếu đất keo tụ đủ để loại dịch trong trên bề mặt thì có thể dùng xi phông để hút ra hoặc gạn lọc, tuy nhiên việc ly tâm (8.6) và gạn lọc vẫn là cần thiết. Lặp lại quá trình rửa và gạn lọc bằng nước cho đến khi E_c của dịch trên bề mặt nhỏ hơn 0,4 dS/m. Nếu hàm lượng cacbonat nhỏ hơn khoảng 2% khối lượng, thì chỉ cần thêm 25 ml dung dịch axit clohydric 1 mol/l là đủ. Tuy nhiên, có khả năng lượng canxi trong dung dịch sẽ không đủ để tạo điều kiện tốt cho quá trình keo tụ. Trong trường hợp như vậy, có thể thêm 20 ml dung dịch $CaCl_2$ 1 mol/l cùng lúc với thêm axit. Phần còn lại của cách tiến hành cho cả hai trường hợp là giống nhau. Nếu có mặt $MgCO_3$ với lượng khá lớn, thì

quá trình xử lý có thể phải kéo dài hơn. Dung dịch axit clohydric nóng không được sử dụng khi đất có chứa nhiều clorit vì chúng có thể bị hoà tan.

Việc tách sắt/ nhôm ôxyt và/ hoặc cacbonat phải được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm (điều 10).

Chú thích – Vì quá trình tiến hành kéo dài và khó xác định hàm lượng còn lại, việc tách cacbonat thường được tiến hành theo các bước thông thường trong xác định sự phân bố cấp hạt.

8.8 Làm phân tán

Thêm một lượng nước vừa đủ vào bình ly tâm sao cho tổng thể tích vào khoảng 150 ml đến 200 ml, lắc lượng đó cho đến khi tất cả đất tạo thành huyền phù, dùng pipet thêm 25 ml chất làm phân tán. Lắc bình trong 18 giờ trên máy lắc đảo chiều. Bảo đảm sao cho nếu đất lắc qua ngày nghỉ cuối tuần, thì tổng thời gian lắc là 18 giờ.

Chú thích – Để thuận tiện thao tác, lắc qua đêm là được.

Nếu không có máy lắc đảo chiều, thì có thể dùng loại máy khuấy cánh mái chèo nhưng không được sử dụng loại máy khuấy kiểu trộn khuấy vì nó có thể phá vỡ các hạt đất nguyên sinh.

8.9 Rây ướt với kích thước lỗ 0,063 mm

Đặt rây 0,063 mm trong phễu thủy tinh lớn, rồi đặt phễu sao cho cổ phễu ở trong ống sa lắng 500 ml. Chuyển toàn bộ huyền phù từ bình ly tâm lên rây, và rửa bằng vòi phun nước của bình rửa cho đến khi nước trong chảy ra. Nếu cần, có thể dùng thìa nhựa hoặc thủy tinh bít đầu bằng cao su để khuấy chất huyền phù trên rây, và để giảm tắc rây. Tiến hành cẩn thận để tránh làm hỏng lưới rây. Tổng thể tích nước rửa không được quá 500 ml.

Chú thích – Một số đất nhiệt đới có cường độ phong hoá cao sẽ khó rây, có thể làm ướt rây trước bằng cách nhỏ vài giọt chất làm phân tán lên trên và dưới của lưới rây trước bước này.

Lấy rây ra khỏi phễu và rửa phần còn lại trên rây cho vào đĩa bay hơi, bằng cách phun nhẹ từ chai rửa. Đặt đĩa bay hơi vào tủ sấy ở 105 °C và 110 °C đến khi phần còn lại khô. Rửa hết các hạt bám ở thành phễu vào ống sa lắng. Để nguội phần đất đã sấy khô, rồi rây lại trên bộ rây < 2 mm đến 0,063 mm, chuyển toàn bộ phần lọt qua rây cuối cùng vào ống sa lắng. Cân phần còn lại trên mỗi rây, và ghi lại khối lượng đó. Thêm nước vào chất huyền phù trong ống sa lắng đến 500 ml.

8.10 Sa lắng

Để ống sa lắng trong điều kiện nhiệt độ môi trường ổn định. Nếu dùng nước để cố định nhiệt độ thì nước phải ngập đến vạch 500 ml của ống sa lắng. Để cho ống sa lắng và dung dịch trong ống cân bằng với nhiệt độ của hệ thống (xem 8.4.2). Khuấy mạnh dung dịch bằng que khuấy hoặc đậy nút rồi lắc bằng

TCVN 6862:2001

máy lắc đảo chiều. Dù bằng phương pháp nào thì điều cần thiết là không được để các hạt đất bám vào đáy ống. Dung dịch trong ống phải được khuấy ít nhất 30 lần/phút trong 2 phút. Đặt ống thẳng đứng ở môi trường nhiệt độ ổn định.

Thời gian lắng được tính ngay sau khi ống được đặt vào vị trí thẳng đứng hoặc kết thúc việc khuấy dung dịch. Không được làm dịch chuyển ống sa lắng hoặc làm khuấy động dung dịch trong thời gian lắng. Khoảng 15 giây trước khi lấy mẫu (bảng 3), cho pipet ngập đến độ sâu cần thiết (± 1 mm) cùng với khoá E ở vị trí đóng, theo phương thẳng đứng vào trong dung dịch đất và ở giữa ống sa lắng (bảng 3). Cần thao tác nhẹ nhàng hạn chế đến mức thấp nhất việc khuấy động các chất huyền phù trong dung dịch, và toàn bộ thao tác này kết thúc trong khoảng 10 giây. Lấy pipét ra khỏi dung dịch sao cho đầu của pipét cao hơn bề mặt của ống sa lắng.

Trong khi lấy mẫu, một phần các chất huyền phù có thể được hút vượt quá van E vào trong bầu D. Tháo phần vượt quá này vào trong cốc nhỏ qua ống F bằng cách mở khoá E sao cho E và D được nối thông với nhau. Tháo nước để rửa ở bầu A vào trong D và tháo ra qua F cho đến khi không còn các hạt đất ở phần này của hệ thống.

Đặt cốc đã biết trước khối lượng (chính xác đến 0,0001 g) bên dưới đầu pipet và mở khoá E sao cho lượng dung dịch trong pipét chảy vào trong cốc. Rửa sạch các hạt huyền phù còn bám trong thành của pipét cho vào cốc bằng cách cho nước từ bầu A chảy qua toàn bộ hệ thống. Đặt cốc và lượng dung dịch trong cốc vào tủ sấy ở nhiệt độ từ 105°C đến 110°C, và để cho bay hơi đến khi khô hoàn toàn. Làm nguội cốc trong bình hút ẩm, cân cốc cùng với lượng trong cốc với độ chính xác 0,0001 g, và xác định khối lượng còn lại với độ chính xác 0,0001 g (ms_1). Rửa sạch các hạt đất bám ở thành ngoài pipét, và dùng các pipét trên lấy các mẫu tiếp theo, thời gian phải phù hợp như đã qui định trong bảng 3. Gọi khối lượng các mẫu tiếp theo là ms_2, ms_3, \dots . Cấp hạt 0,063 mm đến 0,002 mm, và < 0,002 mm sẽ được xác định như là yêu cầu tối thiểu. Để xây dựng đường cong phân bố cấp hạt, cần phải có ít nhất hai cấp hạt khác nằm giữa hai cấp hạt đã được xác định.

Chú thích – Việc lựa chọn hai cấp hạt trung gian tùy thuộc vào yêu cầu của từng nơi. Kinh nghiệm cho thấy, nếu cần phải vẽ đường cong phân bố cấp hạt thì điều quan trọng là xác định cấp hạt có đường kính nhỏ hơn 0,032 mm.

8.11 Tính toán kết quả các cấp hạt < 2 mm

Phương pháp tính toán được giả sử rằng khối lượng mẫu là tổng các cấp hạt hợp thành, và không phải là khối lượng mẫu được lấy như qui định ở 8.5.

Chú thích – Việc tiếp cận này có mặt hạn chế là phải đặt giả sử không có sai số đáng kể ở các giai đoạn khác nhau trong việc lấy mẫu, sấy khô và cân mỗi cấp hạt. Tuy nhiên, để tiêu chuẩn này được áp dụng cho nhiều loại đất nhất, điều giả sử này phù hợp với các sai số xảy ra do việc phân tán không thích hợp của đất khô kiệt. Vì vậy phương pháp đưa ra trong điều này là phương pháp thích hợp.

Tính toán khối lượng chất rắn trong dung dịch huyền phù trong 500 ml ($mf_1, mf_2, mf_3 \dots$) cho mỗi lần lấy mẫu bằng pipet, tính bằng gam, theo công thức sau:

$$mf_x = ms_x (500/V_c)$$

trong đó

mf_x là khối lượng của chất rắn trong dung dịch huyền phù trong 500 ml, tính bằng gam;

ms_x là khối lượng của mẫu lấy từ lần lấy mẫu thứ x bằng pipet, tính bằng gam;

V_c là thể tích đã được hiệu chuẩn của pipet, tính bằng mililit.

Tương tự như vậy, khối lượng chất rắn trong 500 ml dung dịch chất phân tán, m_d , tính bằng gam, được tính như sau:

$$m_d = m_r (500/V_c)$$

trong đó

m_r là khối lượng của chất dư, tính bằng gam;

V_c là thể tích đã được hiệu chuẩn của pipet, tính bằng mililit.

Theo ví dụ trên, khối lượng các cấp hạt được lấy bằng pipet (tính cho 500 ml) như sau:

cấp hạt < 0,063 mm = mf_1 ;

cấp hạt < 0,020 mm = mf_2 ;

cấp hạt < 0,002 mm = mf_3 .

Các mẫu được lấy trong các khoảng thời gian cách nhau ngắn hơn chứa vật liệu có cấp hạt nhỏ hơn và mỗi mẫu sẽ chứa cùng khối lượng chất phân tán, như là m_r . Vì vậy khối lượng của các cấp hạt được tính như sau:

khối lượng cấp hạt < 0,063 mm đến < 0,020 mm = $mf_1 - mf_2 = m$ (0,063 mm đến 0,020 mm);

khối lượng cấp hạt < 0,020 mm đến > 0,002 mm = $mf_2 - mf_3 = m$ (0,02 mm đến 0,002 mm);

khối lượng cấp hạt < 0,002 mm = $mf_3 - m_d = m$ (< 0,002mm).

TCVN 6862:2001

Nguyên tắc tính cũng được áp dụng cho các cấp hạt khác được lấy mẫu. Bởi vậy khối lượng của mẫu < 2 mm là tổng khối lượng của các cấp hạt thu được bằng phương pháp rây ướt với lỗ rây 0,063 mm và khối lượng các cấp hạt thu được bằng cách tính toán. Tổng khối lượng mẫu biểu thị là m_t , tính bằng gam.

Tính tỷ lệ trong mỗi cấp hạt < 2 mm như sau:

$$\text{tỷ lệ} = \text{khối lượng cấp hạt} / m_t$$

Nếu cần thiết, tỷ lệ các cấp hạt có đường kính < 2 mm có thể được tính lại theo tỷ lệ tổng khối lượng đất bao gồm cả hạt > 2 mm như sau:

$$\text{tỷ lệ so với tổng khối lượng đất} = P_t (< 2 \text{ mm}) \times P_s (< 2 \text{ mm})$$

trong đó

$P_t (< 2 \text{ mm})$ là tỷ lệ của cấp hạt < 2 mm;

$P_s (< 2 \text{ mm})$ là tỷ lệ của vật liệu < 2 mm trong tổng lượng đất (điều 7).

Kết quả được trình bày thành bảng biểu thị tỷ lệ của từng thành phần cấp hạt với hai con số có ý nghĩa. Chỉ rõ cơ sở dựa theo đó mà các kết quả được trình bày, tức là tỷ lệ theo cấp hạt < 2 mm, hoặc tỷ lệ so với tổng lượng đất. Thêm vào đó, các kết quả cũng được trình bày dưới dạng đường cong phân bố kích thước cấp hạt tích lũy (hình 1).

9 Độ chụm

Thông tin sau đây dựa trên sự phân tích lặp lại ($n=12$) của các loại đất bao gồm các loại đất cambic và humic arenosols, mollic và calcaric gleysols và fluvisols, rendzic leptosol, gypsic regosol, eutric vertisol, dystic cambisol, haplic và ferric podzols. Độ lệch chuẩn được đưa ra là tối đa cho các thành phần cấp hạt cho các loại đất được nghiên cứu. Các phòng thí nghiệm riêng rẽ đã tích lũy các số liệu và coi đây như là một phần thực hiện việc kiểm tra chất lượng tiếp theo.

Kích thước cấp hạt mm	Độ lệch chuẩn tính theo % trong cấp hạt
2,000 đến 0,600	< 1
0,600 đến 0,212	< 2,5
0,212 đến 0,063	< 3
0,063 đến 0,002	< 2
< 0,002	< 2

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau đây:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) ngày phân tích thí nghiệm;
- c) các phương pháp thử đã sử dụng, chỉ rõ phần nào trong tiêu chuẩn được sử dụng và phần nào được thay thế, phù hợp với hướng dẫn của tiêu chuẩn này;
- d) các kết quả phân tích bằng rây và bằng pipet hoặc phân tích bằng tỷ trọng kế phù hợp;
- e) thông tin đầy đủ để nhận biết mẫu một cách rõ ràng cùng với các ghi chép của phòng thí nghiệm;
- f) tên người thực hiện;
- g) tên và địa chỉ phòng thí nghiệm.

Phụ lục A

(qui định)

Xác định sự phân bố cấp hạt của vật liệu đất khoáng không được làm khô trước khi phân tích

A.1 Giới thiệu

Phụ lục A qui định cách tiến hành cho đất không được làm khô vì nếu làm khô có thể làm thay đổi các tính chất của đất, đặc biệt là các tính chất phân tán. Một vài sự thiếu chính xác có thể gặp trong phương pháp này, như sự kết dính của đất, do có nhiều khó khăn để lấy được mẫu có tính đại diện, đặc biệt là với đất có hạt < 2 mm. Tuy nhiên, sự thiếu chính xác này có thể nhỏ hơn sai số trong quá trình phân tích mẫu đất đã được làm khô. Việc quyết định loại đất nào nên hay không nên phân tích từ trạng thái ướt phụ thuộc vào quyết định của địa phương. Các loại đất thích hợp nhất được áp dụng phương pháp này là đất phát triển từ sản phẩm núi lửa mới phun trào, một số đất nhiệt đới có quá trình ôxy hoá mạnh và đất có độ kết dính cao. Phương pháp bao gồm rây vật liệu ở trạng thái ướt đến cấp hạt 2 mm, các hạt có kích thước nhỏ hơn sẽ được làm phân tán. Một mẫu riêng biệt sẽ được lấy để xác định các cấp hạt có đường kính < 2 mm. Điều này là quan trọng bởi vì hai mẫu thử được lấy gần như cùng một thời gian từ khi mẫu mới lấy ngoài đồng ruộng, để đảm bảo chúng cùng được tiến hành phân tích ở cùng một độ ẩm tương tự như nhau. Các mẫu có khối lượng tương đương với hai mẫu thử nghiệm cũng được lấy để xác định khối lượng khô của vật liệu, và được sử dụng để tính tỷ lệ thành phần cấp hạt có trong đất.

A.2 Cách tiến hành xác định vật liệu còn lại trên rây 2 mm

A.2.1 Thiết bị, dụng cụ

A.2.1.1 Bộ rây phù hợp với 7.1.2.

A.2.1.2 Cân có độ chính xác $\pm 0,5$ g.

A.2.1.3 Tủ sấy có thể duy trì nhiệt độ từ 105 °C đến 110°C.

A.2.1.4 Một số khay không bị ăn mòn.

Các khay này được làm từ các hợp kim nhôm dày khoảng 2 mm, thành xung quanh cao khoảng 25 mm và chiều dài thích hợp nhất là khoảng 300 mm.

A.2.1.5 Xô nhựa hoặc chậu chống ăn mòn có dung tích 10 lít.

A.2.1.6 Các bàn chải râu và một bàn chải cứng làm bằng sợi thép.

A.2.1.7 Dung dịch natri hexametaphosphat hoặc chất làm phân tán thích hợp.

A.2.1.8 Các dụng cụ trợ giúp cho râu và dụng cụ để rửa vật liệu trên râu.

Một ống có kích thước lỗ 6 mm được gắn với vòi nước, hoặc bình phun tia nước có thể được sử dụng cho điều đích sau này.

A.3 Mẫu thử

Lấy một khối lượng mẫu (điều 6) để râu lấy phần có các cấp hạt lớn nhất có trong đó (bảng 1). Cân mẫu với độ chính xác 0,5 g và ghi lại khối lượng (m_1). Bằng cách tiến hành giống hệt như trên, lấy một lượng mẫu tương đương và ghi lại khối lượng. Cho mẫu này vào một cái khay không ăn mòn và sấy khô trong tủ sấy ở 105°C và 110 °C. Ghi lại khối lượng khô (m_2) đã được cân với độ chính xác 0,5 g.

A.4 Tiến hành làm phân tán

Để mẫu không sấy khô vào một cái xô nhựa, thêm 5 lít nước và 350 ml chất phân tán. Mẫu phải được để ngập trong dung dịch. Trộn lượng trong xô nhẹ nhàng và để yên qua đêm.

Chú thích – Trên thực tế rất khó phá huỷ chất hữu cơ trong cỡ mẫu này. Cách tiến hành này chỉ liên quan đến quá trình làm phân tán, mà không đề cập đến vấn đề làm khô, những điều đã được trình bày ở chú thích của 8.3.2 vẫn được áp dụng.

A.5 Rây ở râu 2 mm

Trộn mẫu nhẹ nhàng trong xô nhựa một lần nữa, và sau đó đổ cẩn thận lên lưới râu (điều 7). Bảng 2 đưa ra khối lượng mẫu được lấy trong mối liên hệ với cỡ râu. Việc lựa chọn một số cỡ râu thích hợp là cần thiết. Khi chắc chắn không có vật liệu còn sót lại trong xô, dùng bàn chải cứng chải nhẹ vật liệu còn lại trên râu lớn nhất để tách vật liệu nguyên sinh bám dính trên râu. Phải đảm bảo rằng không có hạt nào bắn ra ngoài trong khi tiến hành. Rửa cẩn thận phần vật liệu còn lại trên râu cũng như rửa toàn bộ các hạt vật liệu còn bám trên bàn chải và trên râu. Có thể dùng nước máy cho mục đích này. Loại bỏ phần vật liệu lọt qua râu 2 mm. Rây vật liệu trên râu qua các râu cho riêng mỗi loại cấp hạt vào đĩa đã biết trước khối lượng và sấy ở 105°C và 110°C. Ghi khối lượng còn lại trên mỗi râu với độ chính xác 0,5 g. Lượng vật liệu còn lại trên râu 2 mm được rửa cẩn thận, bất kỳ vật liệu nào lọt qua râu sẽ được loại bỏ.

Chú thích – Kích thước của hạt có thể được nở to hơn do chúng hấp thụ nước, mà không thể nhận biết bằng mắt. Trừ khi có những kinh nghiệm đặc biệt, tất cả các cấp hạt cần được sấy khô trước khi cân. Có một nghịch lý là các phần sấy khô được tách ra từ một quá trình ướt, và báo cáo là các tỷ lệ khối lượng khô. Tuy nhiên, sự phân tán ướt được làm để tránh những trở ngại trong quá trình phân tán đất sấy khô, và tránh sự thay đổi kích

TCVN 6862:2001

thước hạt do hao tổn và sự kết dính của các hạt riêng rẽ khi được làm khô. Phương pháp giới thiệu trên là thích hợp nhất. Khối lượng các cấp hạt có thể được báo cáo theo tỷ lệ của mỗi loại trong đất ướt, nếu đây là yêu cầu cho một số lý do nhất định. Hàm lượng ẩm trong mỗi cấp và trong vật liệu ban đầu sẽ được đưa vào trong báo cáo trong thử nghiệm. Thực tế khi tiếp cận trong các phép phân tích thông thường thì sự so sánh kết quả giữa phương pháp này và các phương pháp đã được sử dụng sẽ gặp khó khăn.

Chuyển toàn bộ vật liệu còn lại trên rây 2 mm vào khay không bị ăn mòn, sấy khô lượng này trong tủ sấy ở nhiệt độ 105 °C và 110°C. Rây phần vật liệu đã sấy khô này trên rây 2 mm, và ghi lại khối lượng còn lại trên rây, với độ chính xác 0,5 g. Loại bỏ tất cả các phần lọt qua rây này.

A.6 Tính toán và biểu thị kết quả

A.6.1 Tính toán

Tính khối lượng vật liệu còn lại trên mỗi rây theo tỷ lệ khối lượng mẫu đã được sấy khô m_2 . Ví dụ:

$$\text{Tỷ lệ còn lại trên rây 16 mm} = m(16 \text{ mm}) / m_2$$

A.6.2 Biểu thị kết quả

Kết quả được trình bày dưới dạng bảng theo tỷ lệ khối lượng còn lại trên mỗi rây với 2 con số có ý nghĩa. Hơn nữa, các kết quả sẽ được trình bày dưới dạng đường cong tích lũy (hình 1).

A.7 Rây ướt vật liệu có đường kính < 2 mm

Rây mẫu có độ ẩm đồng ruộng trên rây 2 mm để thu được khoảng 300 g vật liệu có đường kính < 2 mm. Cần chà xát mẫu một cách nhẹ nhàng trên rây. Làm cẩn thận để tránh làm hỏng rây, hoặc phá vỡ các hạt đất nguyên sinh. Lấy 2 mẫu, mỗi mẫu khoảng 30 g, bằng cách chia tư lượng vật liệu đã được rây. Khối lượng của hai mẫu phải có độ chính xác 0,5 g (m_3 và m_4).

Chú thích – Để thuận tiện cho công việc, cần có một rây 2 mm riêng cho mục đích này. Đồng thời phải có một bộ rây đầy đủ để rây ướt nếu công việc phân tích thường xuyên được tiến hành. Cho một mẫu vào khay không bị ăn mòn và sấy khô như ở A.3. Ghi lại khối lượng mẫu đã được sấy khô (m_5). Mẫu còn lại được dùng để rây và làm sa lắng như cách tiến hành 8.9 và 8.10.

A.8 Tính toán và biểu thị kết quả

Tỷ lệ vật liệu tính theo cấp hạt có đường kính hình cầu tương đương < 2 mm được tính toán và biểu thị như ở 8.10 theo khối lượng đã được sấy khô (m_5).

A.9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm theo các điểm ghi ở điều 10. Thêm vào đó, báo cáo phải thể hiện rõ phương pháp phân tích được thực hiện với vật liệu không sấy khô, và các điều khoản tương ứng trong tiêu chuẩn này.

Phụ lục B

(quy định)

Xác định sự phân bố cấp hạt của đất khoáng bằng phương pháp tỷ trọng kế

sau khi đã phân huỷ chất hữu cơ

B.1 Giới thiệu

Phụ lục B quy định phương pháp xác định định lượng bằng tỷ trọng kế thành phần cấp hạt đất khoáng đã được rây ướt qua rây 0,063 mm. Phương pháp này yêu cầu khối lượng riêng của cấp hạt phải được biết hoặc được giả định trước (điều 4), khối lượng đất lấy để phân tích và hàm lượng chất hữu cơ của mẫu cũng phải được biết trước [6]. Các nghiên cứu cho thấy phương pháp tỷ trọng kế có độ chính xác thấp hơn phương pháp pipet, và sai số lớn thường gặp khi đọc giá trị trên các vạch của tỷ trọng kế [5]. Phương pháp tỷ trọng kế không được dùng cho mẫu khi chất hữu cơ chưa bị phá huỷ, vì chất hữu cơ nổi lên sẽ làm ảnh hưởng đến quá trình xác định sau này.

B.2 Thiết bị, dụng cụ

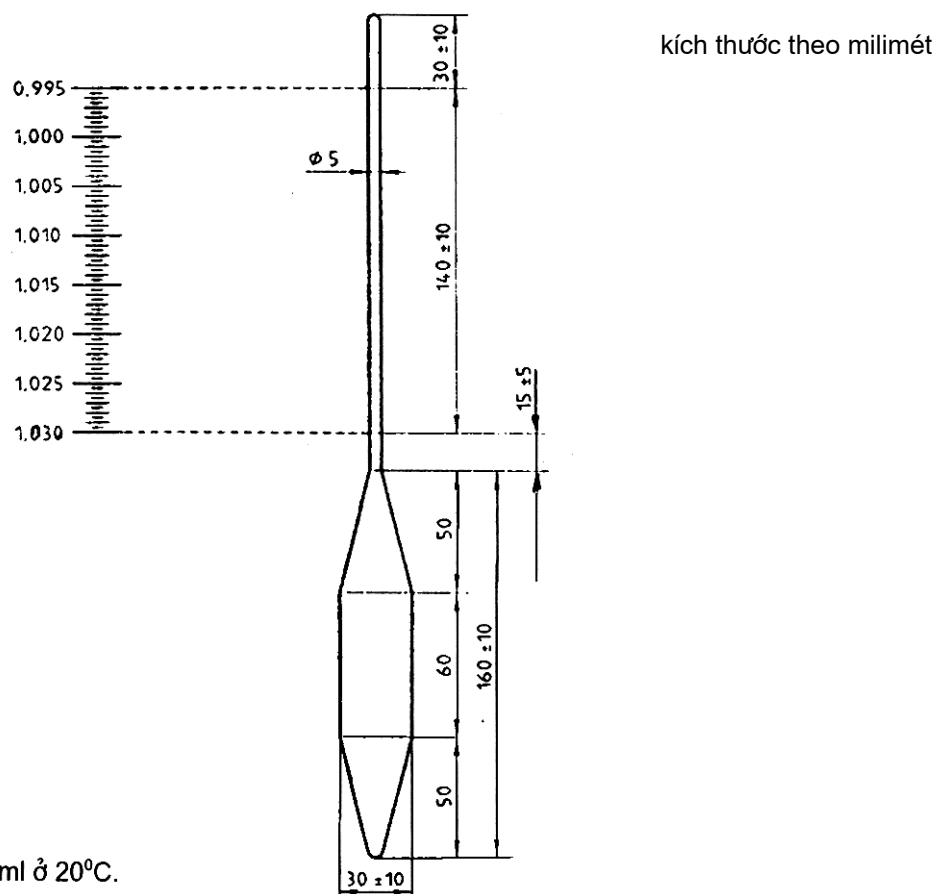
Các chi tiết trong điều này không khác với những chi tiết đã đưa ra ở 8.2.

B.2.1 Tỷ trọng kế, kiểu minh hoạ ở hình B.1

Bầu và thân tỷ trọng kế được làm bằng thuỷ tinh trong suốt không gây cản trở đến việc đọc số, chịu hoá chất và được tinh luyện tốt. Một số vật liệu phù hợp phủ bên ngoài của tỷ trọng kế sẽ được gắn vào bằng cách đốt nóng nước và chất kết dính chịu hoá chất (tới 80°C). Tính bền vững của chất kết dính sẽ bị biến đổi hàng tuần khi tỷ trọng kế được sử dụng, và việc sửa chữa chúng không phải là điều kiện tốt. Vạch chia độ và dấu mức phải dùng mực bền màu ghi trên giấy chất lượng cao có bề mặt nhẵn (giấy esparto là phù hợp). Thân và bầu phải là hình tròn theo mặt cắt ngang và đối xứng qua trục dọc. Không có sự thay đổi đột ngột về hình dạng bởi vì có thể cản trở việc làm khô và làm sạch, hoặc cho phép chứa các bọt khí. Tỷ trọng kế sẽ nổi, với mọi sự dao động, với thân dao động trong phạm vi 1,5° theo chiều thẳng đứng. Đường chia độ phải thẳng, có độ sâu và khoảng chia đều nhau. Vạch chia phải thẳng, không được cong vẹo, và đường chia độ phải có cùng góc nghiêng với trục dọc của tỷ trọng kế. Vạch chia độ sẽ có khả năng đọc đến 0,0005 g/ml như được trình bày ở hình B.1. Cơ sở của vạch chia này sẽ là khối lượng riêng (khối lượng trên đơn vị thể tích) tính theo gam trên mililít. Tỷ trọng kế sẽ được hiệu chuẩn khi đặt nó trong nước ở 20°C, khối lượng riêng thực của nước tại nhiệt độ đó (xem chú thích dưới đây). Tỷ trọng kế được điều chỉnh trong mối tương quan chất lỏng có sức căng bề mặt khoảng 55 mN/m. Sai số tối đa có thể chấp nhận được sẽ được cộng thêm hoặc trừ đi khi chia tỷ lệ, tức là $\pm 0,0005$ g/l. Những vạch chia sau đó sẽ được đánh dấu bền lâu dài trên bầu của tỷ trọng kế. Nghĩa là không được làm mờ nhạt đi bất kỳ một phần nào của vạch chia.

- a) cơ sở của vạch chia, ví dụ vạch chia g/ml ở 20°C (đây là cơ sở thông thường cho các tỷ trọng kế thương mại hiện có);
- b) tên hoặc ký hiệu của người chia vạch;
- c) số chứng nhận;
- d) số hiệu của tiêu chuẩn này.

Bất kỳ sự thay đổi hoặc sửa chữa nào của tỷ trọng kế đều có thể dẫn đến thay đổi khối lượng của nó, do vậy phải hiệu chuẩn lại. Khối lượng của các tỷ trọng kế sẽ được thay đổi ít nhất một tháng một lần nếu sử dụng thường xuyên. Khối lượng tỷ trọng kế phải luôn được kiểm tra lại trước khi sử dụng đối với những tỷ trọng kế không đưa vào sử dụng trong một thời gian. Số đăng ký và khối lượng của tỷ trọng kế được ghi trong một quyển sổ để theo dõi. Kết quả đọc trên tỷ trọng kế theo tiêu chuẩn này được ghi theo cách thức sau. Từ vạch chia đọc được trừ đi 1,000 rồi nhân kết quả với 1 000 (xem chú thích dưới đây). Vạch đọc được < 1,000 sẽ cho giá trị âm, trong khi vạch đọc được > 1,000 sẽ cho giá trị dương.



Chú thích – Hiệu chuẩn theo g/ml ở 20°C.

Hình B.1 - Tỷ trọng kế để xác định các cấp hạt mịn

Ví dụ:

Giá trị quan sát đọc được	Giá trị ghi được
0,999 5	-0,5
1,000 0	0,0
1,001 5	+1,5

Chú thích – Các tỷ trọng kế cũ thường được hiệu chuẩn để đọc khối lượng riêng của nước là 1,0000 g/ml ở 20°C, trong khi khối lượng riêng thực của nước là 0,9982 g/ml [6, 8]. Do đó những tỷ trọng kế cũ dạng như vậy sẽ không được sử dụng trong tiêu chuẩn này. Nếu không có loại khác thay thế, thì giá trị đọc được d' trên tỷ trọng kế phải được cộng thêm 1,8 (điều B.4, B.5, và bảng B.1).

B.2.2 Hai ống đong hình trụ 1lít có chia vạch đến 1 lít, đường kính khoảng 60 mm, cao 360 mm và có một nắp đậy bằng thủy tinh, tròn vừa khít.

Điều quan trọng là tất cả các ống đong đều có kích thước tương tự như đã dùng để hiệu chuẩn tỷ trọng kế (B.2.1). Nếu không có nắp bằng thủy tinh, thì có thể dùng nắp bằng cao su. Ống đong không cần có miệng rót.

B.2.3 Nhiệt kế có chia độ từ 0°C đến 50°C, có thể đọc đến $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

B.2.4 Máy lắc cơ học có thể giữ 75 g đất và 150 ml nước ở trạng thái huyền phù (8.2.6).

B.2.5 Đồng hồ bấm giây có thể đọc đến 1 giây.

B.2.6 Thước milimet như thước kim loại chẳng hạn.

B.2.7 Bình rửa và ống đong 100 ml.

B.2.8 Môi trường nhiệt độ ổn định có khả năng duy trì nhiệt độ ở trong khoảng 20 °C và 30°C với độ chính xác đến $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ (8.2.2 và chú thích ở 8.2.1). Nếu dùng bể nước, thì bể này phải có khả năng chứa được ống sa lắng ngập đến vạch 1 lít.

B.3 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử và nước phải có cùng chất lượng như qui định ở 8.3.

B.3.1 Dung dịch chất làm phân tán (8.3.2).

B.3.2 Chất chống tạo bọt (8.3.3).

B.4 Hiệu chuẩn và điều chỉnh

B.4.1 Khái quát

Tỷ trọng kế được sử dụng để xác định sự khác nhau (thường là rất nhỏ) khối lượng riêng giữa cấp hạt huyền phù và của chất lỏng (như một mẫu riêng biệt) trong đó chứa hạt chất rắn ở dạng huyền phù, sự khác nhau này là tỷ lệ với lượng các hạt ở chất huyền phù. Do khối lượng riêng có sự khác nhau rất nhỏ, tỷ trọng kế cần được đọc đến độ chính xác cao nhất nếu có thể, và bất kỳ yếu tố nào ảnh hưởng đến quá trình đọc số này sẽ đều ảnh hưởng đến kết quả tính toán các kích thước cấp hạt. Các yếu tố này bao gồm như sau (B.4.2, B.4.3, B.4.4 và [6]).

B.4.2 Hiệu chuẩn thể tích của tỷ trọng kế

Thể tích của tỷ trọng kế sẽ được xác định, dựa vào mức độ tăng chất lỏng trong ống đong khi cho tỷ trọng kế vào. Để ống đong dung tích 1 lít trên một mặt phẳng, cho khoảng 800 ml nước vào ống đong, đọc và ghi lại mức nước. Nhúng tỷ trọng kế ngập vào trong nước và ghi lại mức nước mới. Ghi lại hiệu số của hai mức nước và coi đó là thể tích của tỷ trọng kế V_h , tính bằng mililít.

B.4.3 Hiệu chuẩn vạch chia của tỷ trọng kế

Mức độ chính xác của sự điều chỉnh này chịu ảnh hưởng cả của thể tích của tỷ trọng kế (B.4.2), và diện tích mặt cắt của ống sa lắng. Vì vậy phải sử dụng các ống có các kích thước tương tự như nhau (B.2.2). Có thể tham khảo ở hình B.2. Dùng thước thép để đo khoảng cách giữa hai vạch chia độ trên ống đong 1 lít (chẳng hạn như 100 ml đến 900 ml). Gọi khoảng cách này là L (tính bằng milimét), và chỉ dẫn thể tích tương ứng biểu thị là V_L (tính bằng mililít). Đo và ghi lại khoảng cách từ vạch hiệu chuẩn thấp nhất trên thân của tỷ trọng kế đến mỗi một vạch lớn hiệu chuẩn khác, $d_1, d_2, d_3 \dots$. Đo và ghi lại khoảng cách d_n từ cổ bầu đến vạch hiệu chuẩn gần nhất. Khoảng cách $H_1, H_2, H_3 \dots$ tương ứng với các giá trị đọc được $d_1, d_2, d_3, d_n \dots$ sẽ tương đương với các tổng $d_n + d_1, d_n + d_2, d_n + d_3, \dots$. Đo và ghi lại khoảng cách h (tính bằng milimét) từ cổ đến đáy bầu, coi đó là chiều cao của bầu. Tính toán độ sâu hữu hiệu z_1, z_2, z_3, \dots tương ứng đến mỗi một vạch hiệu chuẩn, $d_1, d_2, d_3, d_n \dots$ theo công thức:

$$Z_1 = H_1 + 1/2 (h - V_h L / V_L)$$

trong đó

H_1 là chiều dài từ cổ bầu đến vạch chia độ d_1 , tính bằng milimét;

h là chiều cao của bầu, tính bằng milimét;

V_h là thể tích của bầu tỷ trọng kế, tính bằng mililít;

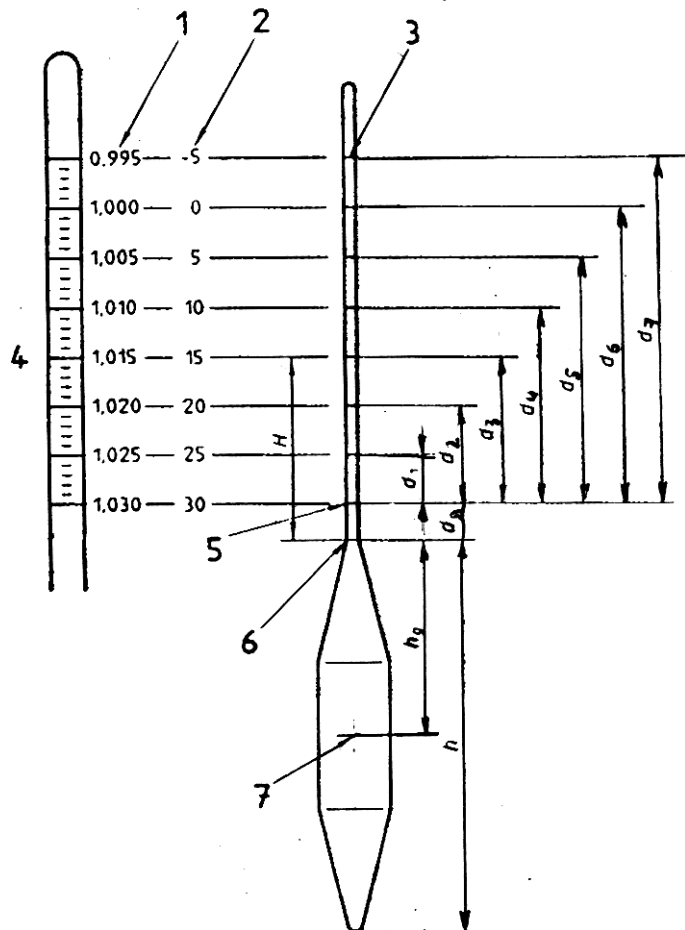
L là khoảng cách giữa hai vạch chia độ trên ống đong, tính bằng milimét;

TCVN 6862:2001

V_L là thể tích biểu thị của ống đong giữa các vạch chia độ để xác định L , tính bằng mililít.

Vẽ đồ thị quan hệ giữa z và d như một đường cong đều. Ghi lại số biểu thị của tỷ trọng kế và ngày hiệu chuẩn, trên số đọc hiệu chuẩn và trên đồ thị.

Chú thích – Quan hệ này cho biết độ sâu hữu hiệu của chất huyền phù, khối lượng riêng tương đối của nó được xác định bằng tỷ trọng kế.



- 1 Vạch tỷ trọng kế tương đối của tỷ trọng kế
- 2 Tương ứng V_h
- 3 Vạch hiệu chuẩn chính
- 4 Ví dụ: H được chỉ dẫn cho V_h của 15
- 5 Vạch thấp nhất hiệu chuẩn
- 6 Cỗ bầu
- 7 Trung tâm thể tích của bầu

Chú thích – Cho bầu đối xứng, $h_g = h/2$

Hình B.2 – Các kích thước cơ bản để hiệu chuẩn tỷ trọng kế

B.4.4 Điều chỉnh mặt cong

Tỷ trọng kế được hiệu chuẩn để đọc chính xác tại bề mặt chất lỏng nơi mà tỷ trọng kế được nhúng vào. Nó sẽ không có khả năng khi mà chất các chất huyền phù là đất đục, ở đây chỉ có thể đọc được tại bề mặt cong phía trên của mặt chất lỏng. Điều chỉnh mặt cong để khắc phục ảnh hưởng này, nhưng phải giả sử rằng lúc nào mặt cong cũng xuất hiện rõ. Điều quan trọng là tỷ trọng kế được làm sạch cẩn thận và sức căng bề mặt của chất huyền phù là luôn luôn giống nhau (B.2.1 và chú thích 1 dưới đây).

Các chất bề mặt có thể làm thay đổi sức căng bề mặt của chất lỏng một cách đáng kể, và điều này có ảnh hưởng đến sự điều chỉnh của mặt cong. Ảnh hưởng của chất bề mặt được lựa chọn sẽ được kiểm tra trong mối liên quan này, và nếu nó có ý nghĩa, thì việc hiệu chuẩn riêng rẽ tỷ trọng kế phải được tiến hành.

Chú thích 1 – Nếu chất bề mặt được sử dụng trong các chất huyền phù đất, thì nó cũng được sử dụng trong ống đong chứa dung dịch phân tán, để duy trì ảnh hưởng sức căng bề mặt ổn định. Nếu chất bề mặt thay đổi, thì việc hiệu chuẩn tỷ trọng kế cũng phải được chuẩn bị lại.

Cho tỷ trọng kế vào trong ống đong 1 lít có chứa 800 ml nước được để thẳng đứng trên một mặt phẳng. Vị trí nhìn sẽ nằm phía dưới một chút so với bề mặt chất lỏng và sau đó sẽ nâng cao từ từ cho đến bề mặt, nhìn như hình elip, trở thành đường thẳng, xác định điểm tại đó, đó là mặt phẳng giao cắt với vạch đo của tỷ trọng kế. Bằng cách đặt vị trí nhìn hơi ở trên bề mặt phẳng của chất lỏng, và sau đó hạ thấp từ từ tầm nhìn, xác định điểm tại đó giới hạn trên của mặt cong cắt với vạch đo của tỷ trọng kế. Ghi lại sự khác biệt giữa hai lần đọc và coi đó là sự điều chỉnh mặt cong, z_m (chú thích 2 dưới đây).

Chú thích 2 – Sự điều chỉnh mặt cong (z_m) sẽ được cộng thêm vào d' (đọc được trên tỷ trọng kế) để có giá trị d , giá trị đọc thực sẽ là cố định cho mỗi tỷ trọng kế.

B.5 Sa lắng

Tập trung vật liệu lợt qua rây 0,063 mm cho vào ống đong hình trụ 1 lít (8.9). Đảm bảo sao cho chất huyền phù vừa đến vạch 1 lit. Đậy ống chứa vật liệu đất với nút tròn bằng thủy tinh hoặc cao su, lắc cẩn thận sao cho tất cả các chất sa lắng chuyển thành dạng huyền phù, rồi để ống đong chứa chất huyền phù này vào môi trường có nhiệt độ ổn định (B.2.8). Kinh nghiệm cho thấy có thể dùng dụng cụ thọc sâu để trộn cẩn thận lượng trong ống đong, đặc biệt khi một số trường hợp cần trộn liên tục. Cho thêm 25 ml dung dịch chất làm phân tán bằng pipét vào ống đong 1 lít khác, và pha loãng bằng nước chính xác đến vạch 1lít. Đặt ống đong này vào môi trường có nhiệt độ ổn định, bên cạnh ống đong chứa mẫu. Điều quan trọng là kiểm tra sự phân tán có hiệu quả cho một hoặc tất cả các mẫu (xem chú thích ở 8.3.2). Sau ít nhất 1 giờ, hoặc khi mà các ống đong và lượng bên trong đạt tới nhiệt độ môi trường, lấy cả 2 ống đong đem lắc cẩn thận để trộn đều dung dịch bên trong. Ống đong chứa đất huyền phù được

TCVN 6862:2001

đảo ngược ít nhất 30 lần/phút trong 2 phút. Ngay lập tức để cả hai ống đong này vào điều kiện môi trường có nhiệt độ ổn định.

Tại thời điểm khi ống đong có chứa chất huyền phù đất được đặt vào vị trí, bắt đầu bấm đồng hồ bấm giây. Từ từ nhúng tỷ trọng kế vào trong chất huyền phù đất đến vị trí sâu hơn một chút so với vị trí nổi của nó, và để cho nổi tự nhiên (xem chú thích dưới đây). Tỷ trọng kế phải được đưa vào trong ống đong sao cho nó có vị trí ở trung tâm của ống. Nếu có hiện tượng nổi bọt trên bề mặt của chất huyền phù đến mức khó đọc được vạch trên tỷ trọng kế, thì sẽ thêm 1 hoặc 2 giọt chất bề mặt (8.3.3, chú thích của phần này và chú thích của B.4.4). Đọc tỷ trọng kế ở trên mặt cong chất lỏng sau thời gian 0,5 phút, 1 phút, 2 phút và 4 phút. Ghi kết quả theo thứ tự như giá trị d' trong bảng B.1.

Bảng B.1 – Số liệu kiểm tra tỷ trọng kế

Ngày	Giờ	Thời gian t (*)	Nhiệt độ (T) °C	Giá trị đọc d'	$d' + Z_m = d$	f mm	d_p mm	$d' - d'_o = dm$	p

trong đó

t là thời gian trôi qua từ khi bắt đầu sa lắng [* theo công thức ở điều B.6, tính bằng giây. Điều gợi ý ở đây là nên chuyển đổi thời gian ra phút (và giờ, khi cần thiết) để giảm khả năng có sai số khi đọc khoảng thời gian dài tính bằng giây];

T là nhiệt độ của chất huyền phù tại thời gian t , tính bằng °C;

d' là giá trị đọc trên tỷ trọng kế trong chất huyền phù trên phần mặt cong của chất lỏng, chỉ những phần thập phân và được chuyển sang phải 3 chữ số. Ví dụ: khi đọc được 1,0125 sẽ được ghi giá trị d' là 12,5;

Z_m là sự điều chỉnh mặt cong (mm);

f là độ sâu hữu hiệu (mm) tương ứng với d' , lấy từ đường cong hiệu chuẩn;

d_p là đường kính hình cầu tương đương với cấp hạt, tính bằng mm;

d'_o là giá trị đọc trên tỷ trọng kế trên mặt cong của dung dịch phân tán;

p là tỷ lệ của vật liệu dưới một giá trị đã cho của d_p .

Chú thích – Định luật Stokes áp dụng cho các hình cầu riêng rẽ chìm lắng trong môi trường chất lỏng, và không áp dụng cho chất huyền phù đậm đặc. Kinh nghiệm cho thấy nếu khối lượng chất huyền phù là không quá lớn thì sự dính nhau giữa các hạt sẽ không còn là vấn đề quan trọng nữa. Tuy nhiên, những đất giàu khoáng bentonit hoặc các khoáng có khả năng trương nở sẽ dẫn đến tạo thành hạt lớn hơn hoặc nhỏ hơn ở nồng độ thấp hơn nhiều so với các loại đất khác được đưa ra trong quá trình phân tích này. Khi giá trị đọc trên tỷ trọng kế không thay đổi theo thời gian có thể là dấu hiệu của vấn đề này. Quá trình phân tích phải được lặp lại với lượng đất nhỏ hơn. Sự thay đổi mạnh giá trị đọc trên tỷ trọng kế theo thời gian cho thấy sự phân bố không thường xuyên của các hạt có kích thước khác nhau trong vật liệu sa lắng. Trong trường hợp này tỷ trọng kế sẽ không được dùng để xác định thành phần cấp hạt, và cần sử dụng phương pháp pipét [1].

Lấy tỷ trọng kế ra sau mỗi lần đọc một cách nhẹ nhàng, rửa bằng nước sạch, làm khô và đặt vào ống đong có chứa chất phân tán, sử dụng kỹ thuật tương tự như trên cho các ống khác. Ghi giá trị đọc được trên vạch tại đỉnh của mặt cong d'_0 . Đặt tỷ trọng kế nhẹ nhàng trở lại trong chất huyền phù đất, đọc và ghi lại sau thời gian 8 phút, 30 phút, 2 giờ, 8 giờ và 24 giờ tính từ lúc bắt đầu sa lắng, và hai lần trong ngày hôm sau nếu cần thiết. Thí nghiệm sẽ được tiếp tục cho đến khi phần trăm cấp hạt nhỏ hơn 0,002mm có thể xác định được. Trong hầu hết các trường hợp, nếu lượng đất chính xác đã được sử dụng, quá trình này sẽ được thực hiện trong 24 giờ. Để có thể xây dựng được đường cong phân bố cấp hạt, đọc không ít hơn ba lần trong thời gian này. Thời gian chính xác là không quan trọng bằng thời gian được ghi chép chính xác. Tỷ trọng kế sẽ được cho vào trong chất huyền phù khoảng 15 giây trước khi đọc, cần chú ý là càng ít làm tác động đến sự phân bố của chất huyền phù càng tốt. Ghi nhiệt độ một lần trong 15 phút đầu tiên, và sau đó là vào mỗi lần đọc tiếp theo. Đọc chính xác đến $\pm 0,5^\circ\text{C}$. Nếu nhiệt độ môi trường biến đổi vượt quá 1°C trong thời gian phép đo đang thực hiện, thì đọc tỷ trọng kế khác trong ống đong có chứa chất phân tán.

B.6 Tính toán và biểu thị kết quả

Tính toán giá trị đọc thực d trên tỷ trọng kế (tính bằng milimét) theo công thức:

$$d = d' + z_m$$

trong đó

z_m là giá trị điều chỉnh mặt cong;

d' là giá trị đọc được trên tỷ trọng kế.

Độ sâu hữu hiệu z được xác định từ đường cong hiệu chuẩn tỷ trọng kế.

Định luật Stockes (điều 4) có thể được viết lại như sau:

$$d_p^2 = 18 \eta z / (\rho_s - \rho_w)gt$$

TCVN 6862:2001

trong đó

d_p là đường kính của hạt, tính bằng milimét;

η là độ nhớt động học của nước ở nhiệt độ thí nghiệm, tính bằng millipascal trên giây, như chỉ dẫn ở bảng B.2;

z là độ sâu hữu hiệu tại đó khối lượng riêng của chất huyền phù được đo, tính bằng milimét;

ρ_s là khối lượng riêng của hạt, giả sử là 2,65 Mg/m³ (xem chú thích ở điều 4);

ρ_w là khối lượng riêng của chất lỏng huyền phù, được lấy là 1,0000 Mg/m³ (xem chú thích ở điều 4);

g là gia tốc trọng trường, được lấy là 981 cm/s²

t là thời gian trôi qua, tính bằng giây.

Chú thích – Đối với công việc kéo dài ngày, các giá trị này sẽ được tính lại theo phút và/hoặc giờ, để giảm thiểu nguy cơ gây sai số trong quá trình thực hiện.

Bảng B.2. Độ nhớt (η) của nước

T °C	η mPa/s
20	1,002
21	0,978
22	0,955
23	0,933
24	0,911
25	0,891
26	0,871
27	0,852
28	0,833
29	0,815
30	0,798

Tính toán và ghi lại giá trị d_p (bảng B.1). Tính giá trị đọc d_m của tỷ trọng kế được chuyển đổi từ công thức:

$$d_m = d' - d'_0$$

trong đó

d'_0 là giá trị đọc trên tỷ trọng kế ở trên mặt cong trong ống đong chứa chất phân tán.

Nếu khối lượng riêng của dung dịch trong ống đong chứa chất phân tán nhỏ hơn $1,0000 \text{ Mg/m}^3$, thì giá trị d'_0 sẽ là số âm, nghĩa là nếu giá trị là $0,9998 \text{ Mg/m}^3$ thì giá trị d'_0 sẽ là -2 [6]. Thay giá trị d_m vào cột thích hợp trong bảng B.1.

Tính toán tỷ lệ (P) theo khối lượng của các hạt nhỏ hơn đường kính d_p hình cầu tương đương, (tính bằng milimét), theo công thức:

$$P = [d_m / m_t] \cdot [\rho_s / (\rho_s - 1)]$$

trong đó

m_t là tổng khối lượng của đất trước khi xử lý khô, tính bằng gam.

Chú thích – Tổng khối lượng của đất sau khi xử lý sơ bộ thu được bằng cách điều chỉnh khối lượng đất (m_s ; 8.5) với hàm lượng chất hữu cơ, được xác định theo TCVN 6642: 2000 (ISO10694: 1995). Quá trình điều chỉnh này có các sai số tiềm ẩn, nhưng sai số này nhỏ hơn so với sai số có thể xảy ra khi làm phân tán đất khô kiệt.

Tỷ lệ của đất, với hai ý nghĩa quan trọng, tương ứng với mỗi giá trị d_p trong phần thích hợp của bảng B.1. Biểu thị kết quả phân tích này dưới dạng bảng, và dạng đường cong tích lũy, theo tỷ lệ hoặc phần trăm, cho thích hợp.

B.7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải phù hợp với điều 10. Thêm vào nữa là phải nêu rõ phương pháp tỷ trọng kế, số tham khảo của tỷ trọng kế, và giá trị khối lượng riêng của hạt đã sử dụng (nêu rõ giá trị này là giá định hay là đã được xác định).

Phụ lục C

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

- [1] ISO 10694:1995 Soil quality — Determination of organic and total carbon after dry combustion (elemental analysis).
- [2] Allen, T. 1990. Particle Size Measurement (4th Edition). Chapman and Hall, London.
- [3] British Standards Institution. 1984. BS3406, Methods for the determination of particle size distribution, Part 2: Recommendations for gravitational liquid sedimentation methods for powders and suspensions. BSI, London.
- [4] British Standards Institution. 1981. BS5930, Code of practice for site investigation. BSI, London.
- [5] Deutsches Institut für Normung (DIN). 1973. DIN 19683, Blatt 1 und 2, Physikalische Laboruntersuchungen — Bestimmung der Korngrössenzusammensetzung. DIN, Berlin.
- [6] Gee, G.W. and Bauder, J.W. 1986. Particle Size Analysis. In: *Methods of Soil Analysis, Part 1* (2nd edition) (ed. A. Klute) pp. 383-411. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
- [7] Head, K.H. 1992. *Manual of Soil Laboratory Testing: Volume 1* (2nd edition) — Soil classification and compaction tests. Pentech Press, London.
- [8] Kilmer, V.J. 1960. The estimation of free iron oxides in soils. *Proc. Soil Sci. Soc. Am.*, **24**, pp. 420-421.
- [9] Lide, D.R. (ed.). 1990. *CRC Handbook of Chemistry and Physics: 71st edition*, pp. 6-8. CRC Press, Boca Raton, USA.
- [10] Loveland, P.J. and Whalley, W.R. 1991. Particle Size Analysis. In: *Soil Analysis: Physical Methods* (eds K.A. Smith and C.E. Mullins) pp. 271-328. Marcel Dekker, New York.
- [11] Winchell, A.W. 1951. *Elements of Optical Mineralogy, Part 1: Descriptions of Minerals*, pp. 246. John Wiley and Sons, New York.
- [12] Yaalon, D.H. 1976. "Calgon" no longer suitable. *J. Soil Sci. Soc. Am.*, **40**, p. 333.
- [13] Yoshinaga, N. and Aomine, S. 1962. Allophane in some Ando Soils. *Soil Sci. Plant Nutrition*, **8**, pp. 6-13.